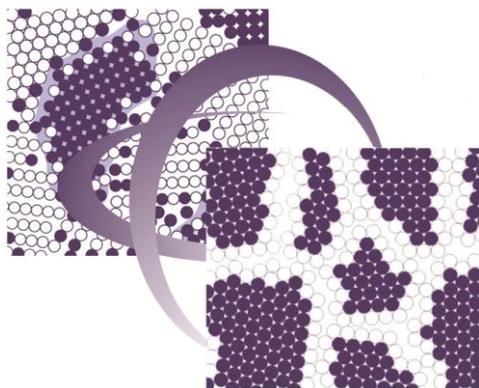


*V Всероссийская  
конференция по наноматериалам*

***НАНО 2013***

*Сборник материалов*



**23-27 сентября 2013 г.**

**г. Звенигород**

УДК 620.22 (05)  
ББК 30.37я5  
В 85

V Всероссийская конференция по наноматериалам. Звенигород. 23-27 сентября 2013 г. / Сборник материалов. – М.: ИМЕТ РАН, 2013, 520 с.

ISBN 978-5-4253-0605-0

*Выражаем благодарность за финансовую и информационную поддержку:*



грант  
№13-03-06-031



*Материалы публикуются в авторской редакции.  
Сборник материалов доступен на сайте [www.nano.imetran.ru](http://www.nano.imetran.ru)*

ISBN 978-5-4253-0605-0



9 785425 306050 >

© ИМЕТ РАН, 2013

## **Организаторы конференции:**

Российская академия наук  
Министерство образования и науки РФ  
Отделение химии и наук о материалах РАН  
Научный Совет по наноматериалам при Президиуме РАН  
Институт металлургии и материаловедения  
им. А.А Байкова РАН  
Московский государственный университет  
им. М.В.Ломоносова

## **Основная тематика конференции**

Секция 1. Фундаментальные основы синтеза нанопорошков  
Координаторы: академик Ляхов Н.З.,  
член-корр. РАН Алымов М.И.

Секция 2. Наноструктурные пленки и покрытия в конструкционных и функциональных материалах  
Координаторы: академик Иевлев В.М.,  
проф. Левашов Е.А.

Секция 3. Объемные наноматериалы  
Координаторы: проф. Добаткин С.В.,  
проф. Глезер А.М.

Секция 4. Нанокompозиты  
Координаторы: член-корр. РАН Карпов М.И.,  
член-корр. РАН Лукашин А.В.

Секция 5. Инновационные применения нанотехнологий (энергетика, машиностроение, медицина и др.) и развитие методов аттестации наноматериалов  
Координаторы: член-корр. РАН Гудилин Е.А.,  
член-корр. РАН Мелихов И.В.

## Организационный комитет

<b>Солнцев К.А.</b>	- председатель, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Ляхов Н.З.</b>	- зам. председателя, ИХТТМ СО РАН, г. Новосибирск
<b>Добаткин С.В.</b>	- зам. председателя, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Алымов М.И.</b>	- ИСМАН, г. Черноголовка
<b>Андриевский Р.А.</b>	- ИПХФ РАН, г. Черноголовка
<b>Астахов М.В.</b>	- МИСиС, г. Москва
<b>Бурханов Г.С.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Валиев Р.З.</b>	- УГАТУ, г. Уфа
<b>Глезер А.М.</b>	-ЦНИИЧМ, г. Москва
<b>Григорович К.В.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Ермаков А.Е.</b>	- ИФМ Уро РАН, г. Екатеринбург
<b>Иванов В.В.</b>	- РОСНАНО, г. Москва
<b>Карпов М.И.</b>	- ИФТТ РАН, г. Черноголовка
<b>Ковальчук М.В.</b>	- РНЦ "Курчатовский институт", г. Москва
<b>Колобов Ю.Р.</b>	- БГУ, г. Белгород
<b>Левашов Е.А.</b>	- МИСиС, г. Москва
<b>Панченко В. Я.</b>	- РФФИ, г. Москва
<b>Пархоменко Ю.Н.</b>	- ГИРЕДМЕТ, г. Москва
<b>Петрунин В.Ф.</b>	- МИФИ, г. Москва
<b>Псахье С.Г.</b>	- ИФПМ, г. Томск
<b>Ремпель А.А.</b>	- ИХТТ УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Стриханов М.Н.</b>	- МИФИ, г. Москва
<b>Устинов В.В.</b>	- ИФМ Уро РАН, г. Екатеринбург
<b>Цветков Ю.В.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Шмаков А.А.</b>	- МИФИ, г. Москва

## Программный комитет

<b>Иевлев В.М.</b>	- председатель, ВГУ, г. Воронеж
<b>Бузник В.М.</b>	- зам. председателя, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Баринов С.М.</b>	- зам. председателя, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Анциферов В.Н.</b>	- НЦ ПМ ПГТУ, г. Пермь
<b>Бойнович Л.Б.</b>	- ИФХЭ РАН, г. Москва
<b>Гудилин Е.А.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Кожевников В.Л.</b>	- ИХТТ УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Костиков В.И.</b>	- МИСиС, г. Москва
<b>Кузнецов Н.Т.</b>	- ИОНХ РАН, г. Москва
<b>Леонтьев Л.И.</b>	- ИМЕТ УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Лукашин А.В.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Лунин В.В.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Мелихов И.В.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Мясоедов Б.Ф.</b>	- Президиум РАН, г. Москва
<b>Панин В.Е.</b>	- ИФПМ СО РАН, г. Томск
<b>Пастухов Э.А.</b>	- ИМЕТ УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Рудской А.И.</b>	- СПбГПУ, г. Санкт-Петербург
<b>Рыбин В.В.</b>	- СПбГПУ, г. Санкт-Петербург
<b>Счастливец В.М.</b>	- ИФМ УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Хохлов А.Р.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Цивадзе А.Ю.</b>	- ИФХЭ РАН, г. Москва
<b>Чарушин В.Н.</b>	- ИОС УрО РАН, г. Екатеринбург
<b>Шабанов В.Ф.</b>	- ИФ СО РАН, г. Красноярск
<b>Шевченко В.Я.</b>	- ИХС РАН, г. Санкт-Петербург
<b>Юртов Е.В.</b>	- РХТУ, г. Москва
<b>Ягодкин Ю.Д.</b>	- МИСиС, г. Москва

## Консультативный комитет

<b>Каблов Е.Н.</b>	- председатель, ВИАМ, г. Москва
<b>Алдошин С.М.</b>	- зам. председателя, ИПХФ РАН, г. Москва
<b>Дианов Е.М.</b>	- зам. председателя, НЦВО РАН, г. Москва
<b>Алешин Н.П.</b>	- МВТУ, г. Москва
<b>Алфимов М.В.</b>	- ЦФ РАН, г. Москва
<b>Баннх О.А.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Болдырев В.В.</b>	- ИХТТМ СО РАН, г. Новосибирск
<b>Горынин И.В.</b>	- ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург
<b>Золотов Ю.А.</b>	- МГУ, г. Москва
<b>Калинников В.Т.</b>	- Президиум Кольского научного центра, г. Апатиты
<b>Осико В.В.</b>	- НЦ ЛМТ ИОФ РАН, г. Москва
<b>Пармон В.Н.</b>	- ИК СО РАН, г. Новосибирск
<b>Сергиенко В.И.</b>	- Президиум ДВО РАН, г. Владивосток
<b>Тартаковский В.А.</b>	- ОХНМ РАН, г. Москва
<b>Новоторцев В.М.</b>	- ИОНХ РАН, г. Москва
<b>Шудегов В.Е.</b>	- Гос. Дума ФС РФ, г. Москва

## Исполнительный комитет

<b>Добаткин С.В.</b>	- председатель, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Рыбальченко О.В.</b>	- ученый секретарь, ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Просвирнин Д.В.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Шаньгина Д.В.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Страумал П.Б.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва
<b>Лукьянова Е.А.</b>	- ИМЕТ РАН, г. Москва

---

***ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ***

---

## **НАНОСТРУКТУРЫ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ**

Хохлов А.Р.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Физический факультет, Москва  
khokhlov@polly.phys.msu.ru*

Дан обзор способов получения полимерных материалов с заданной наноструктурой, которая определяет механические и функциональные свойства этих материалов. Будут рассмотрены блочные материалы, а также наноструктурированные полимерные пленки и волокна.

## **СИНТЕЗ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОПОРОШКОВ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ В ОРГАНИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ**

Ляхов Н.З., Юхин Ю.М., Тухтаев Р.К.

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск  
lyakhov@sbras.nsc.ru*

Исследованы возможности метода получения порошков металлов, основанного на термическом разложении (или восстановлении) их соединений при нагревании в среде высококипящей органической жидкости. Отличительной особенностью данного подхода является использование в качестве жидкой среды бензилового спирта, обладающего достаточно высоким восстановительным потенциалом, а в качестве исходных соединений карбоксилатов металлов с различной длиной метиленовой цепи – формиатов, каприлатов и стеаратов. Предложенный метод использован для синтеза наноразмерных порошков никеля, меди, серебра, висмута. Показано, что восстановление смеси монокарбоксилатов данных металлов является перспективным методом получения сплавов данных металлов субмикронного размера.

Установлено, что с изменением длины углеродной цепи при переходе от формиата к стеарату наблюдается изменение среднего размера и морфологии частиц никеля: в случае формиата – это сферические частицы размером до 500 нм, в случае каприлата – размер частиц уменьшается до 200 нм, при восстановлении стеарата формируются игольчатые частицы толщиной 100-150 и длиной до 500-600 нм и пластинки размером до 500 нм. Показано, что эффективность восстановления висмута до металла возрастает в ряду: оксохлорид, оксонитрат, оксокарбонат, оксид, оксогаллат и дитарtrat висмута. При этом конечной стадией термического разложения является образование частиц металлического висмута сферической формы с размером 0,1-1 мкм.

На примере карбоксилатов никеля, меди и висмута показано, что допирование их ионами серебра существенно влияет на конечный размер и морфологию частиц данных металлов. Так, допирование никеля ионами серебра приводит к получению более тонкого порошка никеля. При содержании серебра 0.1 мольн. % средний размер частиц уменьшается до уровня 50 нм. Восстановление смеси стеаратов серебра и висмута приводит к образованию сферических агрегатов размером до 1 мкм, состоящих из мелких, размером порядка 0.1 мкм, частиц серебра и висмута.

Применение процесса экстракции меди, серебра, висмута, свинца, кадмия, никеля и кобальта карбоновыми кислотами позволяет эффективно извлекать их из растворов сложного состава и отделять от сопутствующих металлов. Использование полиольного метода, в котором полиол (высокомолекулярный спирт) действует не только как восстановитель, но также как и стабилизатор, ограничивающий рост частиц и препятствующий их агломерации, позволяет получать порошки металлов нанодисперсного диапазона. Экстракционно-полиольным методом можно получать порошки металлов и их сплавы путем восстановления карбоксилатов металлов в этиленгликоле или бензиловом спирте при температуре 100–200°C, т.е. ниже температуры их плавления.

Проведенные исследования свидетельствуют, что продуктом разложения формиата, олеата, оксокаприлата и окостеарата висмута в бензиловом спирте является порошкообразный металлический висмут сферической формы с размером частиц 0,1–1 мкм. Показано, что при термическом разложении каприлатов металлов в этиленгликоле при температуре 100–150°C могут быть получены металлические частицы серебра размером 20–50 нм и меди, никеля или висмута размером 50–100 нм. В результате обработки микрокристаллов металлического висмута раствором нитрата серебра получен порошок висмута, модифицированный наночастицами серебра. На основании проведенных исследований разработан способ получения порошкообразного висмута, основанный на восстановлении висмута из его монокарбоксилата в присутствии высококипящего органического растворителя при температуре 120–200°C, а также способ получения модифицированного порошкообразного висмута в результате его обработки растворами солей серебра, золота, платины или теллура.

## **НОВЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В РАЗВИТИИ ОБЪЕМНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ**

Эстрин Ю.З.

*Университет им. Монаша, Центр гибридных материалов, Департамент  
материаловедения, Мельбурн, Австралия*

*НИТУ «МИСиС», Лаборатория гибридных наноструктурных  
материалов, Москва  
yuri.estrin@monash.edu*

В докладе будет дан обзор методов получения объемных наноматериалов и их характерных механических и физических свойств. При этом упор будет сделан на новые процессы, обещающие промышленное внедрение технологий интенсивной пластической деформации (ИПД). Будут также даны примеры возможных применений полученных таким образом материалов в медицинских имплантатах, установках для накопления водорода и других промышленных изделиях. Особое внимание будет уделено наметившемуся новому направлению исследований - использованию методов ИПД для получения гибридных наноструктурированных материалов с задуманной внутренней архитектурой. Будут показаны примеры первых работ в этой области, открывающей новые применения технологий ИПД.

## **ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И НАНОТЕХНОЛОГИИ ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНЫХ МЕМБРАННЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ГЛУБОКОЙ ОЧИСТКИ ВОДОРОДА**

Иевлев В.М.<sup>1,2</sup>, Солнцев К.А.<sup>2</sup>, Бурханов Г.С.<sup>2</sup>, Максименко А.А.<sup>1</sup>,  
Белоногов Е.К.<sup>1</sup>, Кущев С.Б.<sup>1</sup>, Донцов А.И.<sup>1</sup>, Рошан Н.Р.<sup>2</sup>,  
Чернявский А.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Воронежский государственный университет, Воронеж*

<sup>2</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
rnilme@mail.ru*

Цель работы – создание высокопроизводительных мембранных элементов (МЭ) на основе сплавов Pd. Реализуемые в настоящей работе подходы к повышению производительности МЭ:

- создание сплавов с более высокой водородопроницаемостью и, в частности, синтез мембранной фольги с упорядоченной структурой (твердый раствор PdCu с кристаллической решеткой типа CsCl), характеризующейся малой величиной энергии активации диффузии водорода;

- существенное уменьшение толщины селективного слоя по сравнению с достигнутой методом прокатки (сплавы PdCu, PdRu, PdInRu).

Во втором направлении предложены и использованы два варианта:

- формирование свободной фольги исследуемых сплавов методом магнетронного распыления мишени соответствующих составов (толщиной менее 10 мкм, исходя из предельных возможностей получения тонкой фольги методом прокатки);

- нанесение тонкого слоя мембранного сплава на керамическую основу с двухуровневой сквозной нанопористостью (вариант композитного МЭ).

Методами ПЭМ, РЭМ, РД и АСМ исследованы фазовый состав, зеренная структура и морфология фронта роста конденсированной фольги перечисленных сплавов.

Основные результаты:

- установлены закономерности формирования зеренной структуры конденсированной фольги сплавов на основе палладия; впервые методом магнетронного распыления получена однофазная фольга упорядоченного твердого раствора PdCu с кристаллической решеткой типа CsCl и водородопроницаемостью, на порядок величины большей, чем для неупорядоченного твердого раствора того же состава.

- получены данные о структуре, механических свойствах и водородопроницаемости ультратонкой свободной конденсированной фольги исследуемых систем.

- показана технологическая возможность создания композитного МЭ на основе керамики с двухуровневой сквозной пористостью и тонкого покрытия из мембранного сплава.

*Работа выполнена в рамках проекта ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы» (госконтракт № 16.513.11.3150).*

## СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КВАЗИКРИСТАЛЛОВ НА ОСНОВЕ ЭЛЕМЕНТОВ IVB ГРУППЫ

Ажажа В.М.<sup>1</sup>, Баздырева С.В.<sup>3</sup>, Дуб С.Н.<sup>2</sup>, Лавриненко С.Д.<sup>1</sup>,  
Малыхин С.В.<sup>3</sup>, Мерисов Б.А.<sup>4</sup>, Пугачёв А.Т.<sup>3</sup>, Хаджай Г.Я.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий  
Национального научного центра "Харьковский физико-технический  
институт" НАН Украины, Харьков, Украина*

<sup>2</sup>*Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля  
НАН Украины, Харьков, Украина*

<sup>3</sup>*Национальный технический университет*

*"Харьковский политехнический институт", Харьков, Украина*

<sup>4</sup>*Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина,  
Харьков, Украина  
malykhin@kpi.kharkov.ua*

Квазикристаллы представляют собой принципиально новый класс структур в конденсированном состоянии, атомное строение которых характеризуется наличием дальнего порядка в расположении атомов при отсутствии трансляционной инвариантности. Целью настоящей работы являлось получение квазикристаллов систем Ti-Zr-Ni и Ti-Hf-Ni и исследование особенностей их структуры и физических свойств.

Слитки сплавов получали дуговой плавкой сверхчистых компонентов в атмосфере очищенного аргона под давлением  $10^{-5}$  Па. Ленты толщиной от 10 мкм до 100 мкм изготавливались способом скоростной закалки гомогенизированного расплава на охлаждаемом полированном медном диске. Варьировали состав и скорость закалки.

Установлена зависимость фазового состава от технологического режима солидификации и определены условия получения однофазных квазикристаллических образцов.

Методом рентгеновской дифрактометрии исследованы остаточные макронапряжения, средние микродеформации и размер областей когерентного рассеяния, а также специфический фазонный тип дефекта икосаэдрической структуры. Разработаны новые способы исследования совершенства структуры, свойств и напряженного состояния икосаэдрической квазикристаллов современными методами рентгеновской дифрактометрии.

Исследованы механические, электрические, магнитные, теплофизические свойства, диффузия водорода. Методом наноиндентирования с использованием оригинальных методик получены сведения о необычном микромеханическом поведении квазикристаллов. Экспериментально определён комплекс механических характеристик

(модуль Юнга, нано-и микро-твердость, прочность и т.п.) икосаэдрических квазикристаллов на основе титана. Развита научная представления о механизме деформации квазикристаллов при комнатной температуре.

Впервые определены характеристики немонотонной температурной зависимости электрического сопротивления в интервале 0,3-300 К и для Ti-Zr-Ni квазикристаллов открыта сверхпроводимость.

В однофазных образцах исследованы теплопроводность, тепловое расширение и температура Дебая и установлен их изотропный характер.

Впервые для квазикристаллов Ti-Zr-Ni системы исследовано накопление водорода, параметры его диффузии, установлен эффект стабилизации водородом икосаэдрической фазы.

Изучена стабильность структурного состояния и уникальных физических свойств однофазных квазикристаллических и композитных материалов при термическом, механическом, химическом и радиационном воздействиях.

## **ВАРИАБЕЛЬНОСТЬ НАНОСИСТЕМ: ЕЕ УЧЕТ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ**

Мелихов И.В., Божевольнов В.Е., Симонов Е.Ф.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва  
melikhov@radio.chem.msu.ru*

В последние годы усилилась тенденция к описанию кристаллизации на молекулярном уровне детализации. Исследователи стремятся отойти от рассмотрения кристаллизации как результата зарождения, роста и агрегирования макроскопических тел и перейти к описанию состояния атомов в объеме молекулярных кластеров и на поверхности кристаллов. Они быстро накапливают экспериментальную информацию о зарождении и росте нанокристаллов, используя методы визуализации молекул. Важным результатом экспериментальных исследований является подтверждение того факта, что зарождение и рост кристаллов – переменные процессы. Их переменность заключается в том, что при казалось бы одинаковых условиях времени зарождения и скорости роста соседних кристаллов суспензии (или эпитаксиальных слоев) могут различаться на порядки, вследствие чего единственно полной характеристикой кристаллизующегося вещества является функция распределения его кристаллов по состояниям. В результате опытов удалось установить, что переменность процесса кристаллизации

обусловлена тем, что зарождение кристаллов является следствием преобладания частоты образования молекулярных кластеров над частотой их распада, и если даже частоты образования и распада флуктуируют слабо, то их разность может быть макрвариабельна. Рост кристаллов является результатом преобладания скорости адсорбции молекул из среды на его поверхность (прямой процесс) над скоростью десорбции (обратный процесс), причем разность скоростей этих процессов может быть намного меньше, чем сами скорости, также приводя к макрвариабельности [1,2].

Эксперименты показали, что скорости прямых и обратных процессов соизмеримы в широком интервале условий кристаллизации. Это свидетельствует о распространенности конфигурационного отбора кластеров, являющейся одной из форм самоорганизации вещества. При зарождении кристаллов из многочисленных попыток укрупнить трехмерный кластер путем присоединения новых молекул отбираются те, при которых сила притяжения молекул друг к другу максимальна, а вероятность распада минимальна. При росте кристалла тот же отбор происходит на уровне двумерных кластеров, формирующихся в адсорбционном слое кристалла. В обоих случаях отбор приводит к упорядоченным высокоорганизованным структурам, что можно показать на примере кристаллизации веществ разной природы.

Данные представления позволяют подойти к новым способам управления кинетикой кристаллизации [3].

1. I.V. Melikhov, V.E. Bozhevov. Variability and self-organization in nanosystems. Journal of Nanoparticle Research. 2003, N5, с. 465.
2. И.В. Мелихов, В.Е. Божевольнов. Вариабельность наносистем. Вестн.Моск.ун-та, Сер.2, Химия, 2009, т. 50, №5, с.297.
3. И.В. Мелихов. Стратегия и тактика поиска оптимальных технологий новых материалов. ТОХТ, 2011, т.45, №6, с. 611.

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ  
ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СРЕД  
ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ СВЕТОВЫМИ ПОТОКАМИ**

Лукашин А.В., Елисеев А.А., Напольский К.С.,

Росляков И.В., Саполетова Н.А.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва*

*alex@fnt.msu.ru*

На протяжении последнего десятилетия значительные усилия исследователей всего мира направлены на создание и изучение материалов, способных управлять световыми потоками. Такими объектами являются фотонные кристаллы – материалы с периодическим изменением диэлектрической проницаемости на масштабах, сопоставимых с длиной волны света. Они обладают фотонной запрещенной зоной, поэтому их часто рассматривают в качестве оптических аналогов электронных полупроводников. Одним из наиболее распространенных примеров фотонных кристаллов являются коллоидные кристаллы, состоящие из плотноупакованных сферических частиц субмикронного размера. Их называют также синтетическими опалами по аналогии с природными драгоценными опалами, имеющими сходную структуру. Следует отметить, что метод самосборки, применяющийся для формирования коллоидных кристаллов, имеет широкие возможности варьирования размера и мотива упаковки частиц, что позволяет контролировать их оптические характеристики.

В работе разработаны высококонтролируемые методы формирования оптически активных покрытий со структурой инвертированного опала. Образцы получены путем электрокристаллизации требуемого вещества в пустотах коллоидных кристаллов, сформированных из сферических субмикрочастиц полистирола на проводящих подложках. Использованный электрохимический темплатный метод синтеза обладает рядом преимуществ, таких как возможность in-situ мониторинга процесса темплатирования, заполнение практически всего объема пор внедряемым материалом, а также проведение синтеза при комнатной температуре, что исключает растрескивание образцов вследствие термической усадки. Дальнейшее растворение полимерной матрицы приводит к формированию трехмерного каркаса с упорядоченным расположением активных элементов. В ходе выполнения работы оптимизированы условия электрокристаллизации и получения фотонных кристаллов на основе металлических (Co, Ni, Au, Ni<sub>1-x</sub>Au<sub>x</sub> и др.) и полупроводниковых (полипиррол) материалов.

Предложенные подходы к формированию коллоидных кристаллов из субмикронных монодисперсных частиц, а также методы синтеза инвертированных структур на их основе, позволяют не только получить практически бездефектные наноструктуры, упорядоченные на большой площади (более  $1 \text{ см}^2$ ), но и дают возможность управлять оптическими свойствами наноструктурированной среды с помощью различных внешних воздействий: магнитного поля (в случае магнитных металлических инвертированных опалов), электрохимической модификации (для полимерных инвертированных опалов).

Полученные образцы исследованы набором взаимодополняющих современных методов физико-химического анализа (растровая электронная микроскопия, масс-спектрометрия с ионизацией пробы индуктивно-связанной плазмой, оптическая и магнетооптическая спектроскопия, SQUID магнетометрия, малоугловое рассеяние рентгеновского излучения и др.), включая впервые реализованный *in situ* мониторинг процесса заполнения пустот темплата методом высокоразрешающей просвечивающей рентгеновской микроскопии.

В случае никелевых инвертированных опалов экспериментально обнаружено возбуждение поверхностных плазмон-поляритонов, проявляющих себя в виде аномалии Вуда в спектрах отражения. Впервые показана возможность многократного усиления экваториального эффекта Керра в металлических инвертированных опалах.

---

# ***СЕКЦИЯ 1***

## ***Фундаментальные основы синтеза нанопорошков***

---

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

### **ПОРОШКОВЫЕ ОБЪЕМНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ: СИНТЕЗ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ**

АЛЫМОВ М.И.

*Институт структурной макрокINETИКИ  
и проблем материаловедения РАН, Черноголовка*

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
alymov@imet.ac.ru*

Цель процесса консолидации нанопорошков заключается в достижении полной плотности материала при минимальном росте зерна. Кроме того, заготовка должна быть достаточно большого размера для измерения свойств полученного материала и изготовления из него полезного изделия. Среди основных проблем при консолидации нанопорошков можно выделить агломерацию нанопорошков, их высокую активность (пирофорность металлических порошков), наличие примесей, рост зерен, трудности при изготовлении длинномерных заготовок.

При спекании происходит увеличение плотности пористого тела, обусловленное переносом вещества в область контакта частиц. Кроме таких механизмов роста перешейка между крупными частицами как объемная и зернограничная диффузия от границы раздела между частицами, объемная и поверхностная диффузия от поверхности частиц, перенос вещества через газовую фазу для наночастиц были предложены и другие механизмы: вязкое течение, поворот зерен и межчастичное проскальзывание.

Закономерности консолидации порошков с размером частиц более 1 мкм достаточно полно исследованы, но процессы консолидации нанопорошков имеют свои особенности. Среди основных проблем при консолидации нанопорошков можно выделить их высокую активность (например, пирофорность металлических порошков), значительный рост зерен при спекании, агломерацию нанопорошков, наличие примесей, повышенную адгезию частиц, трудности при изготовлении длинномерных заготовок. Целью прессования является формирование высокоплотной и однородной по плотности заготовки, поскольку неоднородность плотности прессовки приводит к появлению дефектов в спеченном образце (в конечном изделии).

Методы порошковой металлургии универсальны и позволяют получать металлические, керамические и композиционные наноматериалы: твердые сплавы на основе карбида вольфрама инструментального назначения, композиционные материалы на основе

керамики и интерметаллидов, армированные наноразмерными элементами (нитевидными кристаллами, волокнами, микропроводами, микросферами, дисперсными частицами); композиционные материалы с полимерной матрицей, обладающие высокой статической и динамической прочностью, водостойкостью, хладо- и теплостойкостью, износостойкостью; дисперсно-упрочненные оксидами стали с высокими характеристиками жаропрочности и радиационной стойкости для производства тонкостенных оболочек тепловыделяющих элементов атомных реакторов; материалы для внутриреакторных устройств с высокой фазовой стабильностью под влиянием нейтронного облучения; теплостойкие и радиационностойкие материалы; керамика на основе гидроксипатита с повышенной трещиностойкостью и прочностью; высокотемпературные конструкционные композиционные материалы на основе керамики; высокотемпературные материалы с повышенной жаропрочностью и трещиностойкостью, устойчивые к действию окислительной среды; композиционные керамоматричные материалы на основе бескислородных соединений (карбиды, нитриды, бориды и др.); теплостойкие антифрикционные и электроизоляционные полимерные композиционные наномодифицированные материалы.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИТОВ  
W-Ni-Fe В ПЛАЗМЕННОМ РЕАКТОРЕ**

Самохин А.В., Фадеев А.А., Алексеев Н.В., Цветков Ю.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
samokhin@imet.ac.ru*

Выполнены исследования получения наноразмерных порошковых композиций W-Ni-Fe в результате химической конденсации паров в системе W-Ni-Fe-O-H-N<sub>2</sub>, протекающей при охлаждении высокотемпературного потока.

С использованием термодинамической модели процесса установлено, что полное восстановление смесей оксидов до металлов обеспечивается при избытках водорода, превышающих его стехиометрически необходимое количество. Из расчетов следует, что при охлаждении рассматриваемых систем, характеризующихся высоким избытком водорода, полное восстановление вольфрама до металла обеспечивается при температуре, превышающей начальную температуру конденсации раствора (Ni-Fe). Таким образом, при дальнейшем снижении температуры конденсация (Ni-Fe) будет происходить в присутствии в системах

металлического вольфрама. Если вольфрам находится в виде наноразмерных частиц, то преобладающей может быть гетерогенная конденсация (Ni-Fe) на поверхности частиц вольфрама, в результате чего конечный продукт будет представлять собой наночастицы вольфрама с покрытием из (Ni-Fe).

Выполнены экспериментальные исследования получения наноразмерных порошковых композиций W-Ni-Fe (W-Ni-Fe 95-3-2 % масс.) при восстановлении порошковой смеси оксидов металлов  $WO_3 - NiO - Fe_2O_3$  в  $N_2+H_2$  (20 об. %) термической плазме в реакторе с ограниченным струйным течением. Для генерации плазмы использовался электродуговой плазмотрон постоянного тока номинальной мощностью 25 кВт.

По данным рентгенофазового анализа в полученном порошке присутствует только металлический вольфрам, оксидные фазы вольфрама отсутствуют. По результатам электронной микроскопии полученные порошки состоят из наночастиц с размером в диапазоне 10 – 150 нм. Наночастицы имеют преимущественно сферическую форму (рис. 1), свидетельствующую о том, конденсация из газовой фазы завершилась при температуре, превышающей температуру плавления вольфрама и происходила преимущественно по макромеханизму пар-жидкость-кристалл. На поверхности частиц присутствует покрытие толщиной порядка единиц нанометров, которое исходя из термодинамической модели является сплавом Ni-Fe. Удельная поверхность полученных порошков составляет 3.5 – 4.5 м<sup>2</sup>/г, что соответствует среднему размеру наночастиц 80 нм.

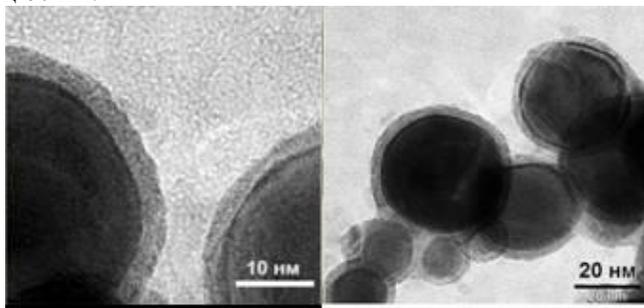


Рис. 1. ТЕМ микрофотографии наноразмерной порошковой композиции W-Ni-Fe.

Основные преимущества плазменного получения нанопорошков металлов определяются возможностью проведения одностадийного получения композитных металлических нанопорошков с использованием

традиционного промышленного сырья. Морфология получаемых нанопорошков имеет принципиальные отличия от полученных другими методами и обеспечивает предпосылки для создания на их основе наноструктурных тяжелых вольфрамовых псевдосплавов.

*Работа выполнена при поддержке совета по грантам Президента РФ (грант поддержки ведущих научных школ НШ-854.2012.3).*

## **ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ ОКСИДА И НИТРИДА ХРОМА**

Алымов М.И., Алексеев А.А., Тихомиров С.А., Трегубова И.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва  
sat@imet.ac.ru*

В работе на примере соединений хрома представлена процедура получения нанопорошков оксидов и нитридов с применением метода управляемых химических реакций.

Фазовый состав определялся методом РФА; дисперсность порошка оценивалась методами ПЭМ – по темнопольным снимкам и РФА – по уширению рентгеновских линий.

Размеры крупных интерметаллидов и их элементный состав проанализированы методами РЭМ с применением микрорентгеноспектрального анализа. В качестве прекурсора для получения нанопорошков выбрана гидроокись хрома –  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ . Нанопорошок оксида хрома –  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  получен с помощью специального нагрева гидроокиси хрома. Дисперсность порошка составила от 30 до 60 нм.

Нанопорошок нитрида хрома –  $\text{CrN}$  – с кубической кристаллической структурой получен с применением нагрева смеси гидроокиси хрома с мочевиной в среде аммиака.

Дисперсность порошка составила от 20 до 60 нм. Оба порошка в пределах ошибки измерений – однофазны.

Строение кубического нитрида хрома  $\text{CrN}$  близко к строению алюминия и его твердых растворов, поэтому такой нитрид разрабатывается для введения его в алюминиевые сплавы.

Интересно отметить, что при введении кубического нитрида хрома в расплав алюминия все частицы порошка диаметром менее 0,5 мкм растворяются. При этом хром вступает в реакцию с алюминием с образованием крупных интерметаллидных частиц соединения  $\text{Al}_7\text{Cr}$ .

## МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ НАНОЧАСТИЦ АЛЮМИНИЯ ФТОРСОДЕРЖАЩИМИ РЕАГЕНТАМИ В ПРОЦЕССЕ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ВЗРЫВА ПРОВОЛОКИ

Бекетов И.В.<sup>1</sup>, Вальцифер В.А.<sup>2</sup>, Сафронов А.П.<sup>1</sup>, Медведев А.И.<sup>1</sup>,  
Багазеев А.В.<sup>1</sup>, Демина Т.М.<sup>1</sup>, Лебедева Е.А.<sup>2</sup>, Тутубалина И.Л.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт технической химии УрО РАН, Пермь

beketov@ier.uran.ru

В настоящее время широкое распространение получили работы, направленные на повышение эффективности энергетических конденсированных систем (ЭКС). Использование нанопорошков алюминия в составе топлив обуславливает их высокую энергетическую эффективность, что связано с большим выделением энергии в результате окисления металла. Однако основным недостатком процесса горения алюминийсодержащих составов является агломерация частиц алюминия в процессе горения топлива, что в итоге приводит к возникновению двухфазных потерь и снижению энергетической эффективности смесевых композиций. Снижение агломерации может быть достигнуто за счет модификации поверхности частиц металла путем нанесения на их поверхность фторсодержащих органических покрытий. Наиболее перспективной является модификация поверхности металлических наночастиц в процессе их получения, что позволяет использовать активный характер их неспассивированной чистой поверхности.

Целью работы являлось исследование возможности модификации поверхности нанопорошков алюминия фторсодержащими органическими соединениями в процессе получения порошка методом электрического взрыва проволоки. В качестве модификаторов поверхности частиц использовались – перфторпеларгоновая кислота  $C_8F_{17}COOH$  (ПФПК) и политрифторхлорэтилен  $(-CClF-CF_2-)_n$  - Ф-32Л. При получении нанопорошок алюминия без извлечения из инертной газовой среды установки помещался в приемник заполненный раствором одного из модификаторов в этилацетате также находящимся в инертной атмосфере, что обеспечивало активный характер поверхности наночастиц вплоть до контакта с модифицирующим раствором. В качестве рабочего газа использовался аргон при давлении 0,12 МПа. Получены партии порошков с дисперсностью 20-25 м<sup>2</sup>/г и модифицированной поверхностью при разных содержаниях модификатора в растворе. Образцы модифицированного нанопорошка алюминия анализировались методами ТГ/ДСК/МС, БЭТ и РФА. Показано, что в процессе обработки ПФПК

адсорбируется поверхностью наночастиц. Содержание модификатора в порошке увеличивается с ростом концентрации в растворе, при определенных концентрациях выходит на насыщение и достигает 0,55 масс. %. Результаты ТГ/ДСК/МС анализа дают основание предположить, что адсорбция ПФПК на поверхности частиц Al вначале происходит по химическому механизму солеобразования за счет кислотных карбоксильных групп. При этом фторуглеродные хвосты молекул ПФПК образуют оболочку вокруг частицы, а дальнейшая адсорбция ПФПК происходит уже по физическому принципу. По данным масспектрометрии полное удаление фтора из образца порошка наблюдается при температурах выше 1100 С. Наряду с атомарным фтором в данной области температур также наблюдается выделение фторидов алюминия  $AlF_3$  и  $AlF_2$ . Фторполимер Ф-32Л сорбируется на нанопорошке Al значительно хуже, чем ПФПК при равной концентрации в растворе. Адсорбции Ф-32Л препятствует отсутствие в составе функциональных групп, способных химически связываться с поверхностью металла. Так максимальное количество сорбированного фторполимера не превысило 0,05 масс. %.

*Работа выполнена при финансовой поддержке проекта фундаментальных исследований Программы Президиума РАН №12-П-23-2011.*

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ В УСЛОВИЯХ  
МОДИФИЦИРОВАННОГО ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗА И ФИЗИКО-  
ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ  
НА ОСНОВЕ ZnO и  $Vi_2O_3$**

**Вохминцев К.В., Трусова Е.А.**

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
VoKirill@gmail.com*

В последнее 10-летие ультрадисперсные порошки ZnO вновь привлекли внимание специалистов в области разработки новых мелкозернистых керамических материалов для энергетики, электроники и оптики, благодаря уникальным оптическим и электрическим свойствам систем, размер частиц в которых не превышает 100 нм [1]. Однако одной из проблем при получении таких материалов является их химическая однородность, так как в противном случае возникают условия для появления неоднородности электрических свойств керамики по объему и тепловых перегрузок локальных областей. В связи с этим особую актуальность приобретают разработки технологически перспективных

способов получения больших количеств ультрадисперсных многокомпонентных порошковых смесей на основе ZnO.

Нами разработан и теоретически обоснован модифицированный золь-гель метод получения ультрадисперсных порошков ZnO и Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и композиций на их основе с участием оксидов Ce, Cr, Cu, Ni, Zr, Y с заданными морфологическими параметрами и фазовым составом. Отличительной чертой метода является использование для формирования и стабилизации золь-гелей низкомолекулярных органических соединений: ацетилацетона, гексаметилентетрамина и моноэтаноламина, соответственно. Исследовано влияние качественного и количественного состава реакционной смеси (стабилизатор, комплексообразователь, соразтворители), природы исходных металл-содержащих реагентов, мольных отношений компонентов, а также режима термообработки синтезованных гелей-интермедиатов на фазовый состав и дисперсность порошков оксидов металлов. При исследовании физико-химических свойств на отдельных объектах продемонстрирован размерный эффект.

Особое внимание в сообщении уделено получению многофазных ультрадисперсных систем с высокой химической гомогенностью, так как механические смеси ультрадисперсных порошков склонны к расслоению. Впервые получены золь-гель методом наночастицы ZnO, химически декорированные оксидами Bi, Ce, Cr, Cu, Ni, Zr, Y. Их химический состав был продиктован потребностями рынка мелкозернистых керамических материалов для малоразмерных электронных устройств и теоретическими проблемами, которые в настоящее время сформулированы в этой области. При разработке лабораторной технологии учитывалась экологическая приемлемость предлагаемого способа, его потенциальные возможности для реализации в условиях отечественного производства.

Получен ряд ультрадисперсных и близких к ним по размерам и свойствам порошков: Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (110-120 нм), CeO<sub>2</sub> (8 нм), Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (30-80 нм), NiO (60 нм), Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (6 нм), ZnO (25-35 нм), ZrO<sub>2</sub> (8 нм), Y<sub>x</sub>Zr<sub>(1-x)</sub>O<sub>2-δ</sub> (3-6 нм), Ce<sub>x</sub>Zr<sub>(1-x)</sub>O<sub>2</sub> (4-10 нм), Me<sub>x</sub>O<sub>y</sub>/Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZnO (Me = Ce, Cr, Cu, Ni, Zr, Y). Все полученные объекты были охарактеризованы с использованием комплекса инструментальных методов: рентгеновская дифракция, Фурье-ИК спектроскопия, адсорбция-десорбция N<sub>2</sub>, ПЭМ, СЭМ, спектроскопия комбинационного рассеяния, элементный анализ.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 12-08-31052 мол а и № 13-03-00350 а.*

*Авторы выражают благодарность Белоусову В.В., Шелехову Е.В., Писареву С.А., Куцеву С.В., Абрамчуку С.С. за помощь при выполнении экспериментальной части работы.*

1. Ü. Özgür, Ya. I. Alivov, C. Liu, A. Teke et al., A comprehensive review of ZnO materials and devices, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, 98, 041301 (2005).

## ХИМИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ ПОРОШКА РАЗРУШЕННОГО РАЗРЫВОМ СКРЫТОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГРАФИТА

Дмитриев А.В., Башарин И.А., Бочарников В.А.

Челябинский государственный университет, Челябинск  
admitriev@csu.ru

Порошок скрытокристаллического графита с пластинчатой формой частиц получили разрушением разрывом при быстром нагреве кусочков влажной руды. Пористость руды составляет до 10%, содержание минеральной примеси в использованном порошке ~6%. В состав минеральной примеси входят кальцит и слюда, растворимые в соляной кислоте. При разрушении разрывом влага в микропорах при нагреве выше 250<sup>0</sup>С переходит в перегретый пар, его выход задерживается тонкими каналами между порами в графитовой руде. Фракцию порошка 2 – 5 мм рафинировали промывкой в растворе соляной кислоты (0,1н), после чего навеску озолняли. В зависимости от времени выдержки содержание минеральных примесей снижается по логарифмическому закону (см. рис. 1).

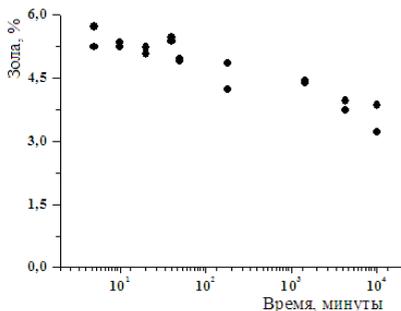


Рис. 1. Снижение золы порошка графита при рафинировании соляной кислотой от времени обработки

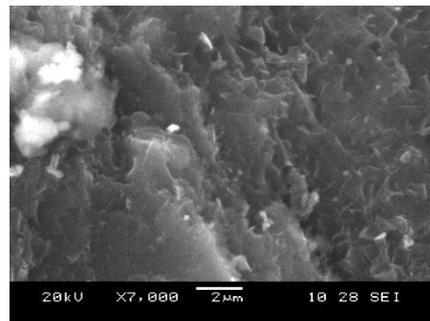


Рис. 2. Микроструктура осадочного слоя скрытокристаллического графита, JEOL JSM - 6460 LV ×7000

Микроструктурными исследованиями установлено, что структура скрытокристаллического графита слоистая, имеется два масштаба

слоистости – слои осаждения микронной толщины и внутренняя структура слоев.

Внутренняя структура слоев образована тонкими листочками графита нанометровой толщины (см. рис. 2).

Разрушение разрывом происходит с образованием повышенного давления внутри слоя сланцеватости. В этом слое тонкие, упакованные в пакеты листочки графита нанометровой толщины создают систему каналов, затрудняющую процессы растворения минеральной составляющей при химическом рафинировании. Размеры листочков достигают 10 нм и соответствуют листочкам терморасширенного природного явнокристаллического графита

#### *Список литературы*

1. Способ разрушения кусков руды скрытокристаллического графита / Дмитриев А.В. // Патент РФ № 2 357 803 от 02.07.2007. - Опубликовано. 2009. БИ № 16.

2. Дмитриев А.В. Измельчение скрытокристаллического графита при вскипании воды в порах / А.В. Дмитриев // Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология. 2010. - Т.53. - вып.7. - С. 75 – 77.

3. Дмитриев А.В., Бочарников В.А., Башарин И.А. Химические и физические свойства полученного разрывом порошка чешуйчатого скрытокристаллического графита. - Материалы Седьмой международной конференции. Владимир, Владимирский государственный университет. - 2010. с. 120.

### **ОСОБЕННОСТИ СВОЙСТВ НАНОРАЗМЕРНЫХ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ**

Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Пугачев В.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Кемеровский государственный университет, Кемерово*

<sup>2</sup>*Институт углехимии и химического материаловедения*

*СО РАН, Кемерово*

*zaharov@kemsu.ru*

Обобщение полученных нами результатов в области синтеза двух- и трехкомпонентных наноразмерных систем (НПС) переходных металлов методом жидкофазного восстановления прекурсоров в условиях, более приближенных к равновесным (по сравнению с физическими методами получения), и изучение их свойств позволяют впервые рассмотреть

вопрос об особенностях поведения и свойств этих систем, связанных с их наноразмерностью.

В докладе предложены экспериментально обоснованные, учитывающие основные стадии процесса схемы (модели) получения наноразмерных порошков Fe–Co, Fe–Ni, Co–Ni, Ni–Cu, Fe–Co–Ni при совместном восстановлении металлов из сильнощелочных водных растворов соответствующих солей гидразингидратом (НРС–1) и порошков Fe–Co при восстановлении тетрафтороборатом натрия (НРС–2).

Сочетанием методов: рентгеновской дифрактометрии (малоугловое рассеяние, рентгенофазовый анализ с исследованием уширения дифракционных линий), рентгенофотоэлектронной спектроскопии, электронной микроскопии, измерения удельной поверхности, пористости и плотности порошков – установлена общая морфология частиц НРС–1: кристаллиты (6–15 нм для разных систем) образуют компактные агрегаты (45–100 нм), как правило, с «нулевой» или слаборазвитой открытой пористостью, но имеющие закрытые поры; из агрегатов скомпонованы рыхлые агломераты субмикронных размеров.

Особенности и отличия фазового состава НРС–1 (фазовые портреты) от фазовых диаграмм соответствующих массивных (макроразмерных) систем определяются следующими основными факторами:

- термодинамическим – введение понятия эффективных (повышенных) температур, специфических для каждой НРС и характеризующих энергонасыщенность систем;
- электрохимическим – учет различий в значениях окислительно-восстановительных потенциалов компонентов;
- кинетическим – следствие высоких скоростей восстановления и общей неравновесности процессов;
- фазовым и химическим составом промежуточных продуктов восстановления.

С учетом этого обсуждены основные особенности фазовых портретов и морфологии частиц НРС: соответствие фазовых портретов высокотемпературным срезам фазовых диаграмм (системы Fe–Co, Fe–Ni, Co–Ni); формирование пересыщенных твердых растворов в НРС (системы Cu–Ni, Fe–Co); непостоянство радиального соотношения компонентов (состава) в частицах и другие.

Описаны и обсуждаются особенности окисления наноразмерных частиц металлов, в том числе обнаруженного эффекта «автоокисления» их в высоком вакууме и в инертной атмосфере при нагревании.

Рассмотрено наноструктурирование особо высокодисперсных порошков НРС–2 при мягком нагревании (200–300 °С) и последовательном довосстановлении.

С учетом особенностей реального фазового состава и морфологии частиц НРС рассмотрены обнаруженные отличия магнитных свойств НРС (намагниченность насыщения, коэрцитивная сила) от известных для массивных систем.

*Авторы благодарят И.Г. Додонову за помощь в проведении синтеза.*

*Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП КемНЦ СО РАН и поддержана грантами Минобрнауки РФ.*

### **БИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ НАНОЧАСТИЦЫ Al/Fe - НОВЫЕ ПРЕКУРСОРЫ ДЛЯ СИНТЕЗА ОБЪЕМНЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Лернер М.И., Бакина О.В., Глазкова Е.А., Сваровская Н.В.,  
Хоробрая Е.Г., Ложкомоев А.С., Тимофеев С.С.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск  
aov862@sibmail.com*

Продукты взаимодействия с водой взрывных нанопорошков алюминия и алюмонитридной композиции, существенно отличаются по физико-химическим свойствам от оксидов, полученных другими методами. Они обладают новой объемной структурой в виде цветка, стабильной при температурах до 900 °С, открытой системой пор и высокой удельной поверхностью. Для создания новых материалов перспективным является применение в качестве прекурсоров биметаллических наночастиц состава Al/Fe, которые содержат металлы с различными функциональными свойствами на уровне одной частицы. В связи с этим детальное изучение закономерностей формирования объемных пористых материалов при взаимодействии с водой биметаллических наночастиц Al/Fe и исследование комплекса физико-химических свойств прекурсора и продуктов превращения, безусловно, вызывает интерес.

Исходные частицы получены в атмосфере аргона Al/Fe(Ar) и азота Al/Fe(N<sub>2</sub>) при содержании металлов в скрутке Al:Fe 50:50, как правило, сферической формы со средним размером 80 мкм, удельной поверхностью 14 и 8 м<sup>2</sup>/г соответственно, представлены фазами Al, AlFe, AlFe<sub>3</sub> и AlFe<sub>тв.р-р</sub>. В нанопорошке, полученном в атмосфере азота, присутствует также фаза AlN. В результате количественного исследования макрокинетических закономерностей реакции

взаимодействия с водой при последовательном нагреве до 60 °С и атмосферном давлении показан топохимический характер превращения. Нанопорошок Al/Fe(Ar) взаимодействует с водой в две стадии: окисление алюминия и окисление железа. На кривой изменения pH Al/Fe(N<sub>2</sub>) наблюдается три максимума (гидролиз нитрида алюминия, окисление металлического алюминия и железа). Присутствие AlN в нанопорошке Al/Fe(N<sub>2</sub>) приводит к сокращению индукционного периода и, соответственно, времени реакции.

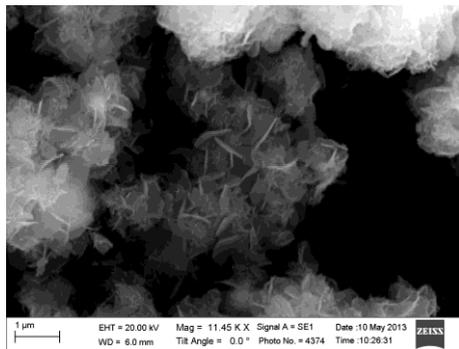


Рис. ПЭМ-изображение продуктов превращения биметаллических наночастиц Al/Fe(N<sub>2</sub>)

В результате превращения Al/Fe образуются объемные пористые частицы с удельной поверхностью 150 м<sup>2</sup>/г для Al/Fe(Ar) и 250 м<sup>2</sup>/г Al/Fe(N<sub>2</sub>). Продукты реакции представлены нанолепестковым псевдобемитом в виде сферических пористых агломератов размером 0,5–5,0 мкм, окруженных пластинчатыми структурами оксида железа (рис.). По данным рентгенофазового анализа продукты реакции представлены фазами псевдобемита, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> и соединениями с различным

соотношением Al и Fe, которые не реагируют с водой в условиях эксперимента.

Таким образом, электровзрывные биметаллические частицы Al/Fe вступают в реакцию с водой в мягких условиях с образованием иерархически организованных объемных пористых структур с высокой удельной поверхностью.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Программ III.23.2.3 и III.23.2.5.*

**СИНТЕЗ  $Al_2O_3$ -ПИЛЛАРИРОВАННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ  
АКТИВИРОВАННОЙ ИНТЕРКАЛЯЦИЕЙ  
ПОЛИГИДРОКСОКОМПЛЕКСОВ АЛЮМИНИЯ**

Овчинников Н.Л., Нуралыев Б., Бутман М.Ф.

*Ивановский государственный химико-технологический  
университет, Иваново*

*ovchinnikovnl1972@newmail.ru, bayram17@mail.ru, butman@isuct.ru*

В настоящее время значительное внимание уделяется созданию новых полифункциональных наноматериалов на основе различных слоистых систем. Посредством интеркаляции полигидрохсокомплексов различных металлов в межслоевое пространство монтмориллонита (ММ) синтезируют пилларные материалы, обладающие уникальной слоисто-столбчатой структурой. Наиболее популярна интеркаляция поликатионов алюминия  $[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$  - ионов Кеггина ( $Al_{13}$ ). Особые условия проведения гидролиза алюминия, в частности гидролиз в гипертермальных условиях при использовании реакторов под давлением, позволяют получить «гигантские» комплексные ионы с предполагаемой формулой  $[Al_{30}O_8(OH)_{56}(H_2O)_{24}]^{18+}$  ( $Al_{30}$ ) - аддукты ионов Кеггина и молекул  $Al(OH)_3$ . Использование различных физических методов воздействия на стадии интеркаляции в сравнении с традиционным методом получения пилларных материалов позволит существенно модифицировать текстурные и сорбционные свойства полученных материалов.

Цель настоящей работы состояла в синтезе  $Al$ -пилларированных наноматериалов на основе ММ, интеркалированного ионами  $Al_{13}$  и  $Al_{30}$  с использованием различных физических методов (гипертермального, ультразвукового и микроволнового) обработки глинистых суспензий на стадии интеркаляции и исследование текстурных и сорбционных свойств полученных материалов.

Образцы ММ, выделенного из природного Даш-Салахлинского бентонита и обогащенного ионами натрия, были интеркалированы по методике ионного обмена полигидрохсокомплексами алюминия  $Al_{13}$  и  $Al_{30}$ . Поликатионы  $Al_{30}$  получали 5-часовой изотермической обработкой интеркалирующего раствора, содержащего полигидрохсокомплексы  $Al_{13}$ , при  $127^\circ C$  в автоклаве. Пилларированные образцы получены прокалкой интеркалированного ММ при  $300$  и  $500^\circ C$ .

Показана возможность регулирования раздвижки силикатных слоев в монтмориллоните при интеркаляции поликатионов алюминия разного размера в синтезе наноматериалов со слоисто-столбчатой структурой. Изменение концентрации сложных форм поликатионов достигается

варьированием гидролизного соотношения  $[\text{OH}^-]/[\text{Al}^{3+}]$  интеркалирующего раствора и его гипертермальной обработкой в реакторе под давлением. Образование и эффективность интеркаляции  $\text{Al}_{30}$  наглядно контролируется методом флуоресцентной спектроскопии.

Методами малоугловой рентгеновской дифрактометрии, фотометрии, термического анализа и инфракрасной спектроскопии установлено, что активация синтеза Al-пилларированных наноматериалов на стадии интеркаляции полигидроксикомплексов алюминия существенно усиливается только в СВЧ полях. Методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота установлено, что полученные наноматериалы вне зависимости от способа обработки характеризуются узким унимодальным распределением пор по размерам. Удельная площадь поверхности и суммарный объем пор максимальны при СВЧ воздействии на процесс интеркалирования. Данные ИК-спектроскопии свидетельствуют о том, что сшивка силикатных слоев интеркалированного ММ происходит в процессе образования  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -пилларной структуры при прокаливании за счет инверсии кремнийкислородных тетраэдров.

*Работа поддержана грантом РФФИ 13-03-00673.*

### **КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МОДИФИКАЦИИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ПОРОШКАХ ПОЛУЧЕННЫХ ОКИСЛЕНИЕМ АЛЮМИНИЯ В ПЛАЗМЕ**

Шамрай В.Ф., Васильев С.А., Самохин А.В., Сиротинкин В.П.,  
Харькова М.А.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва  
shamray@ultra.imet.ac.ru*

Несмотря на многочисленные исследования посвященные низкотемпературным модификациям оксида алюминия, напряженные дискуссии относительно их кристаллических структур, стехиометрии и субструктурных состояний продолжаются [1]. Как было показано нами ранее, в порошках оксида алюминия, полученных окислением алюминия в кислородной плазме, непосредственно после распыления и отжига при низких температурах в качестве основной фиксируется  $\delta^*$ -фаза шпинельного типа (Пр. гр.  $a = 7,934 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,956 \text{ \AA}$ ,  $c = 11,711 \text{ \AA}$ ). В настоящей работе приведены результаты уточнения кристаллической структуры этой фазы рентгеновским методом Ритвелда.

Порошки оксида алюминия были получены в плазмохимическом реакторе струйного типа при использовании электродугового

плазмотрона мощностью 20 кВт при окислении дисперсного алюминия в кислородсодержащей плазме. Рентгеновское исследование выполнено по результатам съемки на рентгеновском дифрактометре Ultima IV. Идентификация фазы  $\delta^*$ , определение периодов решетки и пространственной группы выполнено с использованием программного комплекса Ехро. Для уточнения структуры методом Ритвелда использовали программный комплекс Jana2006.

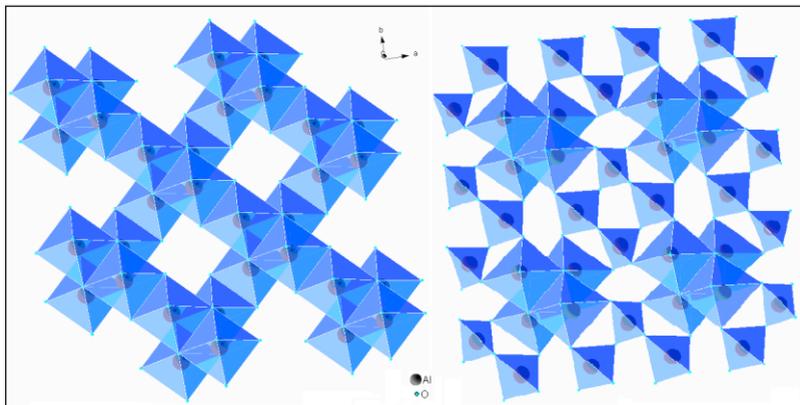


Рис. 1 Перестройка шпинельной решетки (слева) в «промежуточный» слой  $\delta^*$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (справа).

В основе построения модели кристаллической структуры фазы  $\delta^*$  лежит положение о том, что она генетически связана со структурой шпинели. Релаксация напряжений в шпинельной фазе в процессе охлаждения осуществляется за счет сдвига по плоскостям (001), в результате которого решетка шпинели претерпевает сдвиг в направлении [001] через каждые  $3/2 a_s$  на  $1/2 a_s$  [2]. При этом в области плоскостей сдвига образуются вакансии в тетраэдрических позициях заполненных алюминием, а атомы алюминия из октаэдрических позиций смещаются в тетраэдрические позиции, вакантные в решетке правильной шпинели, и, как следствие, образуются «промежуточные» слои (рис. 1), скрепляющие шпинельные блоки. Модель структуры  $\delta^*$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , построенная по результатам выполненного нами уточнения, отличается от модели, предложенной в [2] строением промежуточного слоя.

1. Tsybulya S.V., Kryukova G.N. // Physical Review B. 2008. V. 77. P.1-13.
2. Fargeot D., Mercurio D., Dauger A. //1990. V.24. N 3. P.299-314.

**ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ И ХИМИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ НАНОЧАСТИЦ Pd ОСАЖДЕННЫХ НА УГЛЕРОДНЫЕ ВОЛОКНА МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЯХ**

Шатохин А.Н., Путилин Ф.Н., Маслаков К.И., Егоров А.В., Савилов С.В.  
*МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва*  
*shatokhin@laser.chem.msu.ru*

Наноматериалы с новыми физико-химическими свойствами широко используются в различных областях медицины, биологии, биохимии, катализа и др. Достижения в области нанотехнологий требуют глубокого понимания физики и химии процессов синтеза наноматериалов, поскольку эти процессы влияют на размеры, кристалличность, химическое состояние поверхности частиц и, следовательно, на их активность в различных реакциях.

Методы импульсной лазерной абляции-осаждения (ИЛА-ИЛО) в технологических аспектах синтеза наноматериалов имеют важные преимущества по сравнению с традиционными методами в высокой степени чистоты, точном контроле концентрации осажденных частиц и более широком диапазоне исходных веществ, поскольку в мишенях для лазерной абляции могут быть скомбинированы различные материалы. Разрабатываемые новые методы импульсной лазерной абляции-осаждения с управлением зарядовым составом и структурой лазерной плазмы в неоднородных электрических, магнитных, электромагнитных полях, в отличие от традиционных методов ИЛА-ИЛО [1], позволяют наносить сверхмалые количества металла на подложки различной структуры, состава и морфологии, в том числе – порошковые и наноматериалы, создавать полиметаллические катализаторы, контролировать размеры, форму, поверхностную концентрацию осаждаемых частиц, существенно увеличивать площадь однородного осаждения.

В данной работе представлены результаты исследований размеров, кристаллической структуры и химического состояния наночастиц палладия, осажденных на углеродные волокна методом лазерной абляции металлов в вакууме при изменении структуры и зарядового состава лазерной плазмы вызываемых изменением электрических потенциалов диафрагм расположенных вне зоны разлета плазмы.

Образцы углеродных волокон после осаждения палладия исследовались на РФЭ - спектрометрах LAS-3000, Kratos Axis Ultra DLD. Изменение структуры и зарядового состава лазерной плазмы влияет на валентное состояние осажденного на углеродные волокна палладия -

от  $Pd^0$  до  $Pd^{n+}$  ( $1 < n < 4$ ). По результатам анализа данных РФЭС в компонентах деконволюции Pd3d фотоэлектронов происходит перераспределение интегральной интенсивности в сторону оксидных состояний при положительном потенциале диафрагм и при её радиочастотном возбуждении, при отрицательном - в сторону металлического состояния палладия.

Проведен анализ полученных на электронных микроскопах LEO912 AB OMEGA, JEOL JEM-2100F снимков участков образцов с осажденным палладием и дифракции электронов. На дифрактограммах присутствуют рефлексы, соответствующие межплоскостным расстояниям тетрагональной решетки PdO, и кубических Pd, Pd<sub>0.5</sub>Pd<sub>3</sub>O<sub>4</sub> причем большая часть рефлексов соответствует PdO. Снимки ПЭМ ВР подтверждают данные РФЭС о том, что на поверхности углеродных волокон находятся как нанокристаллиты палладия, так и его оксидов, а изменение структуры лазерной плазмы влияет на степень их кристаллизации.

Наличие оксидных состояний палладия на углеродных волокнах связано с адсорбированным на их поверхности кислородом, не удаляемым без предварительного вакуумного отжига, что приводит к окислению металла при лазерном осаждении.

Проведенные исследования показывают возможность управления размерами и химическим (валентным) состоянием наночастиц палладия при осаждении металла методами лазерной абляции в вакууме в электрических полях без изменения параметров лазерного излучения.

1. Pulsed Laser Deposition of Thin Films: Applications-Led Growth of Functional Materials. Edited by Robert Eason. John Wiley & Sons, Inc. (2007)

### **АКТИВАЦИЯ ДИСПЕРСНОГО АЛЮМИНИЯ ЗА СЧЕТ МОДИФИЦИРОВАНИЯ БАРЬЕРНОГО СЛОЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ЧАСТИЦ**

Шевченко В.Г., Красильников В.Н., Конюкова А.В., Еселевич Д.А.

*Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург  
shevchenko@ihim.uran.ru*

Один из перспективных методов активации окисления порошка алюминия, используемого в энергетических конденсированных системах (ЭКС), является метод воздействия на защитные свойства барьерного слоя оксида на поверхности частиц. С этой целью было предложено использование добавок низкоплавких поливанадатов щелочных металлов

составов  $\text{Na}_2\text{V}_{12}\text{O}_{31} \cdot 7,4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{V}_{12}\text{O}_{31} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  и оксидной ванадиевой бронзы  $\text{Na}_2\text{V}_{12}\text{O}_{31}$ . Эти добавки вводились в состав путем смешения с порошком алюминия микронных размеров. Они приводят к снижению времени задержки воспламенения порошка и активизируют процесс горения за счет повышения скорости доставки окислителя через барьерный оксидный слой к поверхности металла.

Однако, путем смешения порошков, не удается достичь равномерного распределения активатора в смеси и эффективного контакта с поверхностью частиц.

В работе представлены результаты активирования порошка типа АСД путем пропитки оксидного слоя, имеющего толщину около 3 нм, ванадийсодержащими гидрогелями, с последующим просушиванием массы на воздухе.

Активность взаимодействия исследовалась методами DSK и TG при нагреве на воздухе со скоростью 10 К/сек до 1573 К. Полученные результаты продемонстрировали высокую эффективность метода пропитки наноразмерного слоя на поверхности частиц. Пропитка ванадийсодержащими гелями обеспечивает максимальный контакт с поверхностью частиц, что приводит к смещению процесса окисления в низкотемпературную область, в несколько раз увеличивая скорость и полноту взаимодействия. Рассмотрены причины активизации окисления алюминия в процессе нагрева в воздушной среде.

## СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНОПОРОШКОВ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА СО СТРУКТУРОЙ ШПИНЕЛИ

Салихов С.В.<sup>1</sup>, Савченко А.Г.<sup>1</sup>, Юртов Е.В.<sup>2</sup>, Мурадова А.Г.,

Ягодкин Ю.Д.<sup>1</sup>, Гребенников И.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>НИТУ «МИСиС», Москва,

<sup>2</sup>РХТУ им. Д.И.Менделеева, Москва  
yag52@mail.ru

Магнитные жидкости, представляющие собой коллоидный раствор магнитных частиц нанометровых размеров, находящихся во взвешенном состоянии в несущей жидкости, в качестве которой обычно выступает органический растворитель или вода, могут найти широкое применение в различных технических устройствах, а также медицине. Наиболее перспективными компонентами магнитных жидкостей, используемых в медицине, являются наночастицы оксидов железа, что объясняется, прежде всего, их малой токсичностью для организма человека. Такие магнитные наночастицы могут быть использованы в качестве

транспортеров лекарственных средств, маркеров выделения биологически активных соединений, контрастных материалов для магниторезонансной томографии, биосенсоров. Целью настоящей работы и являлось исследование кристаллической структуры и магнитных свойств наночастиц оксидов железа различного размера, которые предполагается использовать при получении магнитных жидкостей.

Нанопорошки со средним размером частиц около 10, 25 и 70 нм, полученные различными химическими методами, были исследованы методами просвечивающей электронной микроскопии, в т.ч. высокоразрешающей, рентгеноструктурного анализа и мессбауэровской спектроскопии. Магнитные свойства порошков измеряли при комнатной температуре на вибромагнетометрах и вибрационном анизометре.

Показано, что все исследованные нанопорошки независимо от их размера имели структуру типа шпинели. При этом нанопорошок, полученный методом соосаждения, содержал частицы со средним размером около 10 нм, а его основным фазовым компонентом являлся маггемит  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Измерение магнитных свойств данного порошка показало, что для него характерно суперпарамагнитное поведение.

Нанопорошок, полученный сонохимическим способом, состоял из более крупных и ограненных частиц со средним размером около 25 нм, а его основным фазовым компонентом являлся магнетит  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Этот порошок явно демонстрировал магнитотвердые свойства.

Нанопорошок, полученный методом старения, содержал ограненные и еще более крупные частицы со средним размером около 70 нм. Его основным фазовым компонентом также является магнетит. По результатам измерений магнитных свойств этот нанопорошок также является магнитотвердым.

Обсуждаются влияние размера частиц на структуру и свойства исследованных нанопорошков, а также их возможное применение.

## СИНТЕЗ И ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРОШКОВ $\text{NaYF}_4:\text{Yb}:\text{R}$ (R-РЗЭ)

Ясыркина Д.С.<sup>1</sup>, Кузнецов С.В.<sup>1</sup>, Федоров П.П.<sup>1</sup>, Воронов В.В.<sup>1</sup>,  
Ермаков Р.П.<sup>1</sup>, Рябова А.В.<sup>1</sup>, Поминова Д.В.<sup>1</sup>, Баранчиков А.Е.<sup>2</sup>,  
Иванов В.К.<sup>2</sup>, Осико В.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва*  
*darya.yasyrkina@gmail.com*

Нанопорошки являются перспективными катализаторами, прекурсорами для лазерной и сцинтилляционной керамики, материалами для катодов щелочных батарей, источников белого света, 3D дисплеев и т.д. [1]. Одним из перспективных применений является использование нанопорошков фаз, содержащих фториды натрия и РЗЭ, для медицинских приложений, в частности для фотодинамической диагностики и терапии рака. Исследования синтеза и физико-химических свойств таких материалов являются весьма актуальными. Для фотодинамической терапии необходимы люминофоры с высокой эффективностью преобразования ИК света в видимый по механизму ап-конверсии. Среди известных материалов наиболее перспективным является  $\text{NaYF}_4$ , солегированный ионами Yb-Er, Yb-Tm и Yb-No. В связи с этим, целью данной работы было определение условий синтеза гексагональной ( $\text{Na}_{3x}\text{R}_{2-x}\text{F}_6$ ) и кубической ( $\text{Na}_{0,5-x}\text{Y}_{0,5+x}\text{F}_{2+2x}$ ) фаз в системе  $\text{NaF}-\text{YF}_3$ . В работе использовался метод соосаждения из водных растворов, подробно описанный в [2]. В ряде синтезов для предотвращения агломерации частиц использовали полиэтиленмин.

Таблица 1.

Номинальный состав	Квантовый выход при накачке 1 Вт на длине волны 974 нм, %
$\text{NaY}_{0,87}\text{Yb}_{0,1}\text{Er}_{0,03}\text{F}_4$	2,82
$\text{NaY}_{0,885}\text{Yb}_{0,1}\text{Er}_{0,015}\text{F}_4$	1,06
$\text{NaY}_{0,815}\text{Yb}_{0,17}\text{Er}_{0,015}\text{F}_4$	2,48

В работе исследовали влияние изменения концентраций исходных растворов, соотношения Na:R, порядка смешения растворов, значения pH растворов и ПАВ на фазовый состав порошков.

Был проведен поиск перспективных составов с максимальными величинами квантового выхода ап-конверсионной люминесценции на основе  $\text{Na}_{0,5-x}(\text{Y}_{1-y-z}\text{Yb}_y\text{Er}_z)_{0,5+x}\text{F}_{2+2x}$  кубической фазы. Содержание Y в составах варьировали от 7 до 95 %, содержание Yb – от 2 до 90 % и

содержание Er – от 1,5 до 20 %. Перспективные составы с наибольшими величинами квантового выхода представлены в таблице 1.

1. Fedorov P.P., Luginina A.A., Kuznetsov S.V., Osiko V.V. Nanofluorides. // Journal of Fluorine Chemistry 132 (2011) 1012-1039.

2. Кузнецов С.В., Рябова А.В., Лось Д.С. и др. Синтез и люминесцентные характеристики субмикронных порошков на основе фторидов натрия и иттрия, легированных редкоземельными элементами. // Российские нанотехнологии. 2012. Т. 7, №11-12, С. 30-38.

**УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ  
НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ****ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ ГИДРОКСИАПАТИТА,  
ДОПИРОВАННОГО МЕТАЛАМИ**

Домашевская Э.П., Голощапов Д.Л., Аль-Зубейди А.А., Логачев В.В.,  
Юраков Ю.А.

*Воронежский государственный университет, Воронеж*  
*ftt@phys.vsu.ru*

Синтетический гидроксиапатит кальция (ГАП),  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  широко используется в реконструкции костных тканей и протезировании в качестве биоактивного покрытия. Синтез допированного гидроксиапатита представляет не меньший интерес, поскольку большинство костных тканей человека содержит ГАП, допированный цинком.

Порошки недопированного гидроксиапатита (ГАП) получали смешиванием растворов 0,3 М  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  и 0,5 М  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  с доведением pH до 9.5. Для получения порошков допированного ГАП использовали растворы нитратов меди и цинка молярной концентрации 3 mol% Zn и 3 mol% Cu. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре ДР-02 «Радиян», на медном  $\text{CuK}\alpha$  излучении. ИК спектры снимали на спектрометре Perkin Elmer в диапазоне  $4000\text{-}400\text{ см}^{-1}$  и не зафиксировали влияния допирования ГАП на спектры.

Параметры гексагональной решетки синтезированного ГАП  $a=0.9442\text{ nm}$  и  $c=0.6895\text{ nm}$  хорошо совпадают с параметрами международной базы данных (ICDD 09-0432:  $a = 0,9418\text{ nm}$ ,  $c = 0,6884\text{ nm}$ ). В то время как частичное замещение атомов кальция меньшими по размерам атомами меди и цинка приводит к заметному уменьшению параметров решетки допированных ГАП: ГАП:Zn  $a=0.9364\text{ nm}$ ,  $c=0.6852\text{ nm}$ , в ГАП:Cu  $a=0.9220\text{ nm}$ ,  $c=0.6846\text{ nm}$ .

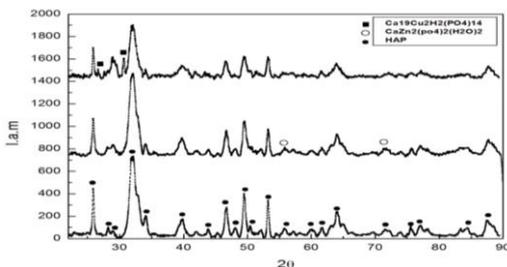


Рис.1. Дифрактограммы недопированного и допированного ГАП

## НАНОРАЗМЕРНЫЕ ПОРОШКИ СИСТЕМЫ Fe–Co–Ni: ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА

Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Пугачев В.М.<sup>1</sup>, Дятый К.А.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Кемеровский государственный университет, Кемерово

<sup>2</sup>Институт углехимии и химического материаловедения СО РАН, Кемерово  
zaharov@kemsu.ru

В контрасте с высоким уровнем изученности сплавов Fe–Co–Ni в макроразмерном состоянии, опубликованные сведения по синтезу химическими методами наноразмерных порошков (НПП) этой системы и изучению их свойств отсутствуют. В работе суммированы результаты в этой области, полученные нами и обсуждаемые с учетом выполненных ранее исследований по синтезу и изучению свойств НПП Fe–Co, Fe–Ni и Co–Ni. Чистые (общее содержание примесных металлов  $\leq 0,05$  вес %), достаточно моноразмерные и моноформенные порошки получены методом совместного восстановления металлов гидразингидратом из водных растворов соответствующих солей.

По согласующимся данным электронной микроскопии (JEOL JSM 6390), рентгеновской дифрактометрии (дифрактометры КРМ–1, ДРОН–3, Bruker D8 Advance), измерений удельной поверхности и пористости (ASAP–2020), пикнометрической плотности показано, что частицы НПП составлены из кристаллитов (15–20 нм), слагающих компактные, сфероподобные, с «нулевой» открытой пористостью, но имеющие закрытые (или микро) поры агрегаты (200–300 нм).

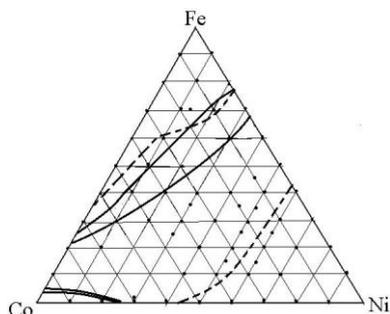


Рис. 1. Фазовая диаграмма системы Fe–Co–Ni при 500°С в сравнении с фазовым портретом НПП при 90°С (–)

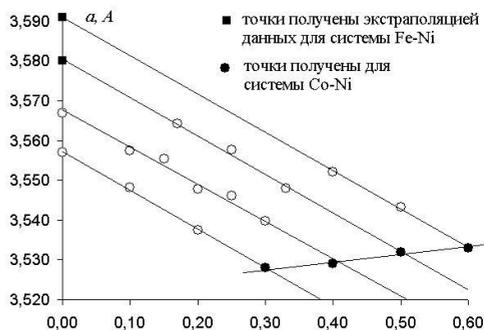


Рис. 2. Зависимости параметра ГЦК решетки от содержания Co при фиксированном содержании Ni (40, 50, 60 и 70 масс. %)

Соответствующий температуре синтеза (80–90 °С) фазовый портрет НРП, построенный на основании рентгенодифракционных данных (рис.1), существенно отличается от известных фазовых диаграмм массивных сплавов – области ГЦК твердых растворов (богатых Ni) и ОЦК (богатых Fe) существенно уже, соответственно двухфазная область сосуществующих твердых растворов – шире.

Причины этого связаны с наноразмерностью изучаемой системы и различаем температур. Формирование и области существования твердых растворов были подтверждены результатами РФЭС при аргонном травлении образцов – соотношении Co:Ni близко к расчетному и практически постоянно по глубине частиц (рентгенофотоэлектронный спектрометр SPECS), а также практическим совпадением значений параметров решеток твердых растворов Fe–Ni и Ni–Co, установленных ранее, и значений, определяемых из полученного массива данных для НРП Fe–Co–Ni (рис. 2). В области, богатой Co (более 60 масс. %), фазовый состав НРП усложняется, также качественно отличаясь от установленной для массивных сплавов – наблюдается сосуществование трех фаз – твердых растворов ГЦК, ОЦК и на основе гексагональной решетки кобальта.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРОВ И МОРФОЛОГИИ НАНОЧАСТИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ В ГАЗОРАЗРЯДНОМ ГЕНЕРАТОРЕ АЭРОЗОЛЕЙ**

Ефимов А.А., Иванов В.В., Волков И.А., Лизунова А.А.  
*Московский физико-технический институт, Долгопрудный*  
*ООО «Метрологический центр РОСНАНО», Москва*  
*newaldan@gmail.com*

В настоящее время наночастицы чистых металлов и оксидов получили широкое применение в технике. Можно найти примеры их использования в оптике, электронике, печати, фармакологии и медицине. В связи с большой значимостью наночастиц активно развиваются и методы их синтеза. В данной работе исследуется синтез наночастиц газоразрядным методом, преимуществами которого является широкий диапазон получаемых размеров наночастиц и применимость к большому спектру материалов. Образование наночастиц в изучаемом газоразрядном генераторе осуществляется за счет процессов испарения и конденсации паров материала электродов, выполненных из титана. Испарение материала происходит под воздействием плазмы, возникающей в процессе искрового разряда между электродами (Рис. 1а). Далее атомы испаренного вещества охлаждаются и конденсируются в кластеры,

которые затем растут за счет коалесценции с образованием первичных частиц и далее объединяются в агрегаты и агломераты частиц.

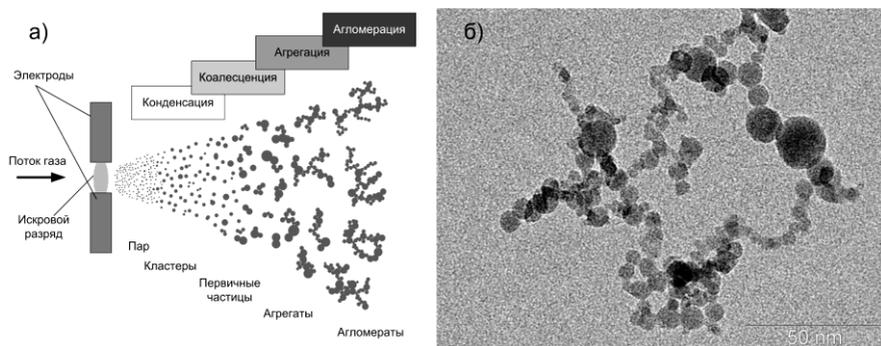


Рис. 1. Схема образования (а) и ПЭМ-изображение (б) агломератов наночастиц, получаемых в газоразрядном генераторе аэрозолей

С помощью методов просвечивающей электронной микроскопии, диффузионной аэрозольной спектрометрии и дифференциальной электрической подвижности исследовались размеры и морфология частиц, получаемых в газоразрядном генераторе аэрозолей. По результатам проведенных исследований установлено, что частицы, синтезируемые в газоразрядном генераторе, представляют собой фракталоподобные агломераты с размерами 10-300 нм, состоящие из сферических первичных частиц диаметром 3-20 нм (Рис. 1б). Вид распределения частиц по размерам, как для агломератов, так и для первичных частиц имел нормально-логарифмический вид с положительной асимметрией. В процессе исследования также установлено, что варьирование рабочих параметров газоразрядного генератора, таких как скорость потока воздуха и энергия разряда, позволяет изменять в широких диапазонах среднечисленный размер, от 8 до 75 нм и общую концентрацию от  $10^3$  до  $10^7$  см<sup>-3</sup> агломератов аэрозольных частиц при почти неизменном размере первичных частиц. Также показано, что результаты измерения параметров частиц различными методами демонстрируют качественную сопоставимость и позволяют получать более детальную и согласованную информацию о размере и морфологии наночастиц.

## ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ КАРБИДОВ И ТВЕРДОСПЛАВНЫХ СМЕСЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ

Исаева Н.В., Благовещенский Ю.В., Благовещенская Н.В.,  
Мельник Ю.И., Самохин А.В., Алексеев Н.В., Асташов А.Г.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
felix-2001@mail.ru*

На рынке твердых сплавов произошло значительное перераспределение производства в сторону более мелкозернистых сплавов, в настоящее время разработано несколько новых технологий для промышленного производства нанодисперсных и особомелкозернистых порошков карбида вольфрама и твердых сплавов на их основе, однако в нашей стране производства подобных порошков отсутствует, а потребности развивающейся промышленности требуют организации конкурентноспособного процесса. Целью настоящей работы является исследование процесса получения нанопорошков карбида вольфрама, ряда других карбидов переходных металлов, а также композиций карбид вольфрама-кобальт и добавками карбидов-ингибиторов с применением плазмохимического восстановительного синтеза для развития сырьевой базы с целью создания наноструктурных твердых сплавов.

Синтез нанопорошков систем  $Me - C$  в потоке термической плазмы электродугового плазмотрона проведен с использованием реактора с ограниченным струйным течением. Плазменная струя генерируется в электроразрядном генераторе термической плазмы номинальной мощностью 25 кВт. В струе термической плазмы происходит испарение и химическое превращение исходного сырья с последующим формированием наночастиц.

Полученные нанопорошки системы  $W-C$  состояли из смеси  $W_2C$ ,  $\beta-WC$  ( $WC_{1-x}$ ),  $W$ ,  $WC$ ,  $C$  с преобладанием фаз  $W$ ,  $W_2C$ ,  $\beta-WC$  при содержании общего углерода в диапазоне 5-8 масс.%. Удельная поверхность порошков изменялась в диапазоне 15-50 м<sup>2</sup>/г. При синтезе в системе  $V-C$  фазовый состав содержал, в основном,  $VC$ ,  $VC_0$ , а также небольшое количество оксидов ванадия  $V_2O_3$ ,  $VO_2$  и  $V_2O_5$  и свободный углерод. Синтез нанопорошковой композиции  $Cr-C$  осуществлялся в тех же условиях при использовании в качестве хромсодержащего сырья порошков хрома и оксида хрома. Фазовый состав порошков характеризовался наличием четырех карбидных фаз  $Cr_7C_3$ ,  $Cr_2C$ ,  $Cr_{23}C_6$ ,  $Cr_3C_2$ , индивидуальными фазами  $Cr$  и  $C$ , а в случае

использования оксидного сырья – дополнительно фазами оксидов:  $\text{CrO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_3\text{O}_4$ .

Из результатов экспериментов следует, что при взаимодействии оксидов вольфрама, ванадия и хрома с углеводородами в плазменном реакторе не обеспечивается синтез соответствующих высших однофазных карбидов. Получение однофазных карбидов может быть обеспечено в результате последующей термообработки полученных в плазменном реакторе многофазных нанопорошков систем  $\text{Me-C}$ . При исследовании синтеза однофазных карбидов были исследованы механизмы их образования, влияние времени и температуры на фазовый, химический и гранулометрический состав продуктов.

Разработаны условия получения индивидуальных карбидов вольфрама, ванадия, хрома, а также тантала и ниобия с регулируемым содержанием свободного углерода, удельной поверхностью  $5\text{-}30 \text{ м}^2/\text{г}$  и более.

Для получения гомогенной наноразмерной композиции карбид вольфрама-кобальт с введенными в нее добавками карбидов ингибиторов была использована методика осаждения соли кобальта из раствора на поверхность твердых частиц при их интенсивном перемешивании и последующем восстановлении соли водородом. Показана возможность получения композиций с кобальтом в широком диапазоне его концентраций.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 13-03-00339 а.*

## **ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ КОБАЛЬТА, НИКЕЛЯ, МОЛИБДЕНА И ВОЛЬФРАМА МОДИФИЦИРОВАННЫМ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ**

**Трусова Е.А., Коцарева К.В.**

*Институт металлургии и материаловедения им.А.А. Байкова РАН, Москва  
kotsareva.k@gmail.com*

Большой интерес исследователей и разработчиков новых материалов вызывают ультрадисперсные порошки оксидов кобальта, никеля, молибдена и вольфрама, а также композитов на их основе. Это обусловлено необходимостью их использования в производстве широкого спектра инновационных материалов для топливных элементов, электрохромных устройств, защитных покрытий, запоминающих элементов, солнечных батарей, газовых сенсоров, катализаторов (нефтехимия) и др [1]. В последнее 10-летие мокрые

методы получения ультрадисперсных полупродуктов (raw products) признаны наиболее экономичными, а также технологически и экологически приемлемыми [2].

В сообщении представлены результаты исследования закономерностей получения модифицированным золь-гель синтезом порошков оксидов Co, Ni, Mo и W, а также бинарных композитов на их основе с размером частиц 10-1000 нм. Показано влияние качественного и количественного состава реакционной массы (концентрация растворов исходных солей, природа стабилизатора золя и мольное отношение стабилизатор/металл), а также режима термообработки геля на фазовый состав и дисперсность полученных порошков.

Молибдат и вольфрамат аммония, ацетат никеля, хлорид и оксалат кобальта использованы в качестве источников металлов, а гексаметилентетрамин, N,N-диметилоксиламин, тетраэтиламмоний гидроксид и моноэтаноламин использованы для стабилизации золь. На заключительной стадии термообработку полученных гелей проводили при 500°C в течение 1 ч. Для исследования фазового состава и морфологии полученных порошков были использованы рентгеновская дифракция, адсорбция-десорбция N<sub>2</sub>, СЭМ, ПЭМ и сканирующая лазерная конфокальная микроскопия.

Установлены оптимальные параметры синтезов ультрадисперсных и близких к ним по размеру частиц порошков оксидов Co, Ni, Mo и W. Показано, что разработанный подход позволяет целенаправленно проводить синтезы ультрадисперсных оксидов с заданным размером частиц, варьировать его в пределах 10-130 нм с шагом до 20-30 нм. Получены, описаны и протестированы в каталитическом синтезе спиртов из CO и H<sub>2</sub> мезопористые композиты на основе MoO<sub>3</sub>, CoO, NiO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Ti-силиката [3]. Показано, что эти модельные системы могут быть положены в качестве базовых составов при разработке новых катализаторов синтеза спиртов.

*Работа поддержана РФФИ, гранты: № 12-08-31052 мол\_а и № 13-03-00350 А.*

#### *Литература:*

1. Michael Z. Hu, Mark R. De Guire Ceramic Nanomaterials and Nanotechnology: Ceramic Transactions - The American Ceramic Society: Westerville, 2003 – 296 p.
2. E.A. Trusova, K.V. Vokhmintcev, I.V. Zagainov. Wet-chemistry processing of powdery raw materials for high-tech ceramics. Nanoscale Research Letters. 2012, V.7, p. 58.

3. В.С. Дорохов, Д.И. Ишутенко, П.А. Никульшин, К.В. Коцарева, Е.А. Трусова, Т.Н. Бондаренко, О.Л. Елисеев, А.Л. Лапидус, Н.Н., Рождественская, В.М. Коган Изучение превращения синтез-газа в спирты на нанесенных сульфидированных СоМо-катализаторах, промотированных калием. Кинетика и катализ, 2013, том 54, № 2, с. 1–10

### **ФОРМИРОВАНИЕ НАНОЧАСТИЦ ПРИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ВЗРЫВЕ ПРОВОДНИКОВ**

Первиков А.В., Лернер М.И.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск  
pervikov@list.ru*

Механизм формирования наноразмерной фракции является ключевым вопросом при получении наночастиц металлов, химических соединений, а также многокомпонентных металлических наночастиц методом электрического взрыва проводника (ЭВП) [1].

Целью данной работы являлось исследование механизмов формирования наночастиц на примерах диспергирования проводников бинарных сплавов Cu-Zn(Л63), Pb-Sn(ПОС 61), а также при синхронном диспергировании проводников Cu-Ag.

Согласно литературным данным [1–4], расширяющиеся продукты ЭВП представляют собой двухфазную систему, состоящую из металлического пара и конденсированной фазы «кластеров».

В данной работе формирование двухфазной системы при диспергировании проводника импульсом тока рассматривается как следствие развития микроструктурной неоднородности строения расплава, приводящей к неоднородному энерговыделению в его объеме и формированию термодинамически неустойчивой системы кластеры – пары металла.

Исследования биметаллических наночастиц, синтезированных на основе указанных выше металлов, с помощью РСА и ПЭМ показали, что формирование наноразмерной фракции определяется двумя механизмами: коагуляцией кластеров жидкой фазы (рис.1 а, б) и конденсацией паровой фазы металла на зародыше конденсированной фазы (рис. 1 в).

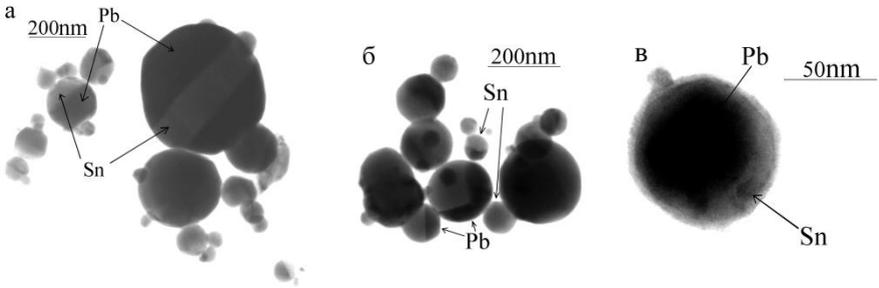


Рис.1 Микрофотографии наночастиц Pb-Sn

1. Лернер М. Электровзрывные нанопорошки неорганических материалов. Germany.: – LAP LAMBERT Academic Publishing, 2011. – 332 с.
2. Лебедев С.В., Савватимский А.И. // УФН. – 1984. – Т.144. – Вып.2. – С. 215 – 250.
3. Воробьев В.С., Малышенко С.П., Ткаченко С.И., Фортов В.Е. // Письма в ЖЭТФ. – 2002. – Т.75. – Вып.8. – С. 445 – 449.
4. Волков Н.Б., Майер А.Е., Седой В.С., Фенько Е.Л., Яловец А.П. // ЖТФ. – 2010. – Т.80. – Вып.4. – С. 77 – 80.

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУР ПРИ РАСПЫЛЕНИИ МЕТАЛЛОВ ВЫСОКОЧАСТОТНЫМИ И ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ РАЗРЯДАМИ

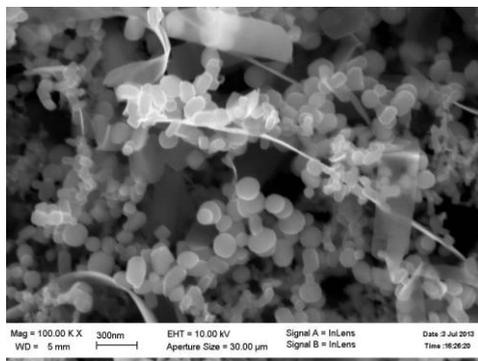
Провоторов П.В.<sup>1</sup>, Классен Н.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Средняя школа № 82, Черноголовка

<sup>2</sup>Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка

*klassen@issp.ac.ru*

Эксперименты по распылению металлов высокочастотными или импульсными разрядами, представленные в данной работе, в ряде случаев дают такие наноструктуры, которые в других ситуациях не наблюдались. Например, на рисунке показано электронно-микроскопическое изображение наноструктуры оксида молибдена, полученной взрывом на воздухе молибденовой проволоочки, индуцированным разрядом через нее конденсатора большой емкости. Наряду с трехмерными наночастицами нескольких внешних форм (сферической, овальной, ограненной) отчетливо видны ленты наноскопической толщины с шириной порядка 300 нм. Наночастицы сгруппированы в агломераты, внешне напоминающие полимерные



молекулы. Наиболее не  
обычно то, указанные  
агломераты имеют  
макроскопические размеры в  
виде кружевных лент с длиной  
в несколько сантиметров и  
шириной до миллиметра ,  
которые формируются за  
доли секунды в сфере  
радиусом порядка метра от  
взорванной проволочки и  
настолько легки, что свободно

парят в воздухе и скорость их оседания не превышает 1 см/сек. Если проволочки взрываются внутри алундовой трубки диаметром порядка 1 см, на подложке, установленной у ее открытого торца, осаждаются пленки из наночастиц с морфологией типа разделенных лучей, исходящих от центра трубки. В системе лучей наблюдается осевая симметрия шестого порядка. Кроме того, непосредственно напротив торца трубки формируется замкнутое кольцо гексагональной формы. Это свидетельствует о динамической самоорганизации продуктов взрыва, происходящей внутри трубки. По составу среди осаждаемых наночастиц наблюдаются как взрывааемые металлы в чистом виде, так и их окислы, причем относительное содержание металла возрастает от оси трубки к периферии.

Распыление металлических проволочек стационарным высокочастотным разрядом осуществлялось подачей на вертикально установленную проволочку электрического поля с основной частотой порядка 30 Мгц от специально сконструированного генератора. При достижении необходимой амплитуды поля вокруг конца проволочки возникал факельный разряд, от которого исходил «дым», который в зависимости от состава атмосферы содержал в разных пропорциях сам металл и его окислы. Пленки, осаждаемые на размещенных вокруг факела подложках, содержали в своем составе как аморфные, так и кристаллические частицы соответствующих составов. Средние толщины пленок зависели от времени выдержки над факелом и расстояния от него и могли варьироваться от десятка нанометров до нескольких микрон. Наряду с образованием на подложке квазиоднородной пленки на боковой поверхности электрода ниже формируемого им факельного разряда наблюдалось формирование кристаллических дендритоподобных наростов. В отдельных точках

подложки также наблюдалось формирование кристаллических микрозерен оксида металла, составлявшего факел.

*Данная работа поддерживалась грантами РФФИ №№ 12-02-90015 и 13-08-01440.*

## **ОСОБЕННОСТИ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ПЛАЗМЕННОМ РЕАКТОРЕ С ОГРАНИЧЕННЫМ СТРУЙНЫМ ТЕЧЕНИЕМ**

Синайский М.А., Самохин А.В., Алексеев Н.В., Цветков Ю.В.,  
Пахило-Дарьял И.О., Литвинова И.С.

*Институт металлургии и материаловедения им.А.А. Байкова РАН, Москва  
sinaisky@imet.ac.ru*

Синтез в потоках термической плазмы является универсальным и эффективным методом получения нанопорошков элементов и их различных неорганических соединений и композиций в результате конденсации из газовой фазы в контролируемой атмосфере – инертной, восстановительной или окислительной. Синтез нанопорошков в потоке термической плазмы электрических разрядов эффективно реализуется с использованием реактора с ограниченным струйным течением.

При формировании наночастиц в объеме реактора происходит изменение их дисперсного и фазового составов в результате конденсационного и коагуляционного роста. Управление этими процессами может обеспечиваться за счет изменения различных параметров работы реактора: состава, энтальпии и скорости истечения плазменной струи, концентрации реагентов. Несмотря на различие в химических реакциях, лежащих в основе механизма получения конкретных нанопорошков в термической плазме, формирование наночастиц в плазменных процессах происходит по общему макромеханизму «пар-жидкость-кристалл» или же «пар-кристалл». При этом характеристики дисперсного состава нанопорошка определяются закономерностями роста частиц по коагуляционному механизму.

В работе исследованы характеристики дисперсного состава нанопорошков, различающихся по физико-химическим свойствам и общему макромеханизму формирования частиц. Это оксиды ( $Al_2O_3$  и  $TiO_2$ ), металлы (W и Cu), нитриды и карбонитриды ( $TiN$  и  $TiCN$ ), и композиция W-C – полученные в плазменном реакторе с ограниченным струйным течением при различных граничных условиях организации процесса и с использованием различных технологических схем в плазмохимической установке.

Характеристики дисперсного состава нанопорошков определялись совокупностью следующих методов: растровая и просвечивающая электронная микроскопия (с последующей статистической обработкой микрофотографий); лазерная дифракция и фотокорреляционная спектроскопия; распределение по размерам областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (определение среднего размера кристаллита); измерение удельной поверхности методом тепловой десорбции азота (метод БЭТ). Отработана методика фракционной классификации нанопорошков методами седиментации и центрифугирования в жидкой среде.

В результате проведения экспериментальных исследований показана возможность управления дисперсным составом получаемых в плазменных реакторах нанопорошков за счет изменения параметров работы реактора.

Установлено, что функция распределения частиц по размерам для всех исследованных нанопорошков является логарифмически-нормальной с коэффициентом соответствия близким к единице. Рассмотрено влияние параметров плазменного процесса на характеристики функции распределения наночастиц по размерам - средний размер и дисперсию. Определены возможные диапазоны изменения характеристик дисперсного состава нанопорошков плазмохимического синтеза.

На пути оптимизации плазмохимического процесса получения нанопорошков определено наличие побочных механизмов формирования дисперсного состава. Изучена морфология и элементный состав типовых частиц микронного диапазона размеров, определены возможные каналы и механизмы их образования. Предложены решения для организации процесса, уменьшающие вклад данных каналов в формирование дисперсного состава порошкового продукта.

*Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 13-03-00733).*

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

### ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА ДЛЯ ПРОЗРАЧНОЙ КЕРАМИКИ

Аксенов Д.И., Трушкова Т.Н., Файков П.П., Жариков Е.В.,

Провоторов М.В.

*РХТУ им. Д.И.Менделеева, Москва*

*nexten1990@mail.ru*

Замена монокристаллов, используемых в качестве активных оптических сред в лазерной технике, на прозрачную керамику представляет исключительный интерес для создания твердотельных лазеров нового поколения с высокой эффективностью, работающих на фиксированной длине волны в ближнем ИК диапазоне. Керамика позволяет получать лазерные элементы больших размеров, заданной формы, с повышенным содержанием активатора, а также снизить их себестоимость.

В работе разработаны различные методики синтеза прекурсоров для получения нанодисперсных порошков иттрий-алюминиевого граната, что позволяет варьировать размерами синтезированных порошков, полученных из различных прекурсоров.

По одной методике порошки прекурсоров получали методом совместного соосаждения из водных растворов квасцов. Исходя из теории Ландау-Лившица подобран диспергирующий растворитель, позволяющий получать устойчивую с точки зрения дезагрегации частиц дисперсную систему. Определена оптимальная концентрация вводимого органического растворителя. Подобраны режимы термообработки полученных прекурсоров для синтеза нанодисперсных порошков иттрий-алюминиевого граната.

Другой методикой являлся вариант золь-гель технологии [1], принципиальная сущность которого заключается в получении геля высокомолекулярного полимера и исследования распределения в нем гомогенного истинного раствора одного или нескольких оксидных компонентов. Высушенный ксерогель прокаливают при сравнительно невысоких температурах (от 600 до 1300°C в зависимости от вида и характера оксида), превращая пористую массу в сыпучий агломерированный порошок.

Реализация такого варианта золь-гель метода обеспечивает получение монодисперсных порошков оксидов металлов простого или сложного состава в виде рыхлых агрегатов с частицами, размером около 1 мкм и намного меньше (наночастицы) (Рис.1). Данный метод получения

ультрадисперсных порошков позволяет регулировать фазовый состав и размер частиц получаемого материала. С помощью этого метода также возможно введение некоторых добавок, в частности редкоземельных элементов, позволяющих этому материалу приобрести люминесцентные свойства, необходимые для лазерной генерации.

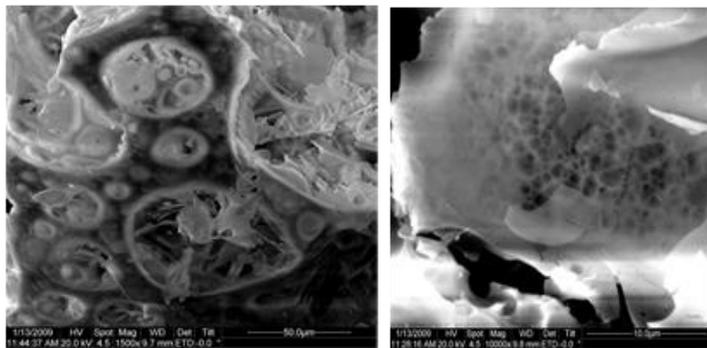


Рис. 1. Микроструктура порошка ИАГ после синтеза при 900°С.

1. Н. Т. Андрианов, П.П. Файков, С. Р. Абдель Гавад, Е. М. Малькова. Синтез и спекаемость порошков в системе  $MgO-Al_2O_3$ , полученных золь-гель методом // *Успехи в химии и химической технологии: Сб. науч. тр. Том XIX, № 8(56)*. М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2005. С. 36 – 40.

## **ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ПОЛЕВЫЕ ЭМИТТЕРЫ НА ОСНОВЕ СТЕРЖНЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ZnO**

Артемов В.В., Лавриков А.С., Грецкая И.Ю.

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, Москва*  
*artemov@ns.crys.ras.ru*

Оксид цинка – многофункциональный кристаллический материал. Он обладает комплексом физических свойств, которые позволяют использовать его в различных областях современной электронной технике [1], в частности в полевой эмиссии. Данные кристаллы имеют очень разнообразную морфологию, в литературе описаны десятки его различных форм его габитуса. Наибольший интерес представляют стержневидные кристаллы с высоким аспектным отношением (1000 и более), годные в качестве полевых эмиттеров. Кристаллы ZnO термически стабильны, устойчивы к внутреннему окислению, имеют низкое пороговое значение напряжение эмиссии [2].

Одним из способов получения нано- и микрокристаллического оксида цинка из газовой фазы является высокотемпературный пиролитический синтез (ВТПС) [3]. Он основан на разложении органических солей цинка, нанесенных на целлюлозный фильтр, и синтезе оксида при повышенных температурах (более 1000°C) в окислительной атмосфере воздуха. Нами разработана методика на основе метода ВТПС получения точечных полевых эмиттеров на основе стержневидных кристаллов оксида. Единичные кристаллы вырастают непосредственно на острие платиновой проволоки. На установке Quanta 200 3D исследованы эмиссионные характеристики таких точечных полевых катодов. Например, коэффициент  $\beta$  для расстояния анод-катод 2.8 мкм составил 64, максимальный ток составил 3 мкА. Эти данные хорошо согласуются с результатами других подобных работ[4].

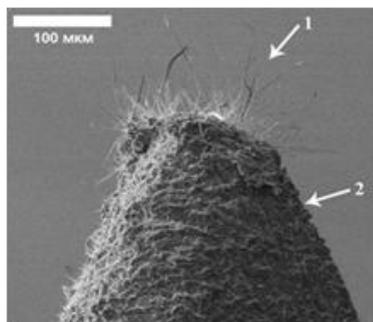


Рис.1 РЭМ - микрофотография платинового острия со стержневидными кристаллами ZnO.(1- стержневидные кристаллы, 2- платиновое острие).

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 11-08-00790-а) и Минобрнауки (ГК №16.552.11.7077) на оборудовании ЦКП ИК РАН.*

1. Juncong She, Zhiming Xiao, Yuhua Yang et al. //ACS NANO. 2008. V. 2. № 10. P.2015.
2. Xiaowei Sun. SPIE NEWS ROOM 10.1117/2.1200602.0101
3. Л.Н.Демьянец, Л.Е. Ли, А.С. Лавриков, С.В. Никитин. «Способ получения малоразмерных кристаллических порошков на основе оксида цинка». ИК РАН. Патент РФ №2326994, МПК С30В 29/16, С01G 9/02 приоритетом от 29.09.2006, опубл. 2008.06.20.
4. Huang Y. H., Bai X. D., Zhang Y. et al. // J. Phys.: Condens. Matter . 2007. V. 19. P.176001.

## СТАНДАРТНАЯ ЭНТАЛЬПИЯ ОБРАЗОВАНИЯ НАНОЧАСТИЦЫ $Pb_2Bi_7Sn_4$

Овчинникова И.В., Барбин Н.М.

*Уральская государственная сельскохозяйственная академия, Екатеринбург  
Уральский институт Государственной противопожарной службы МЧС  
России, Екатеринбург  
nmbarbin@mail.ru*

Сплавы системы Pb-Bi-Sn-Cd применяют в качестве припоев [1]. В своей структуре они содержат наночастицы состоящие из интерметаллидов  $Pb_2Bi_7Sn_4$

Стандартная энтальпия образования является одной из существенных термодинамических характеристик. Её экспериментальное определение сопряжено с затруднениями методического и технического характера, является трудоемким и сложным процессом. Поэтому важное значение приобретают расчетные методы.

Нами использована модель Миедемы [2]. Согласно данной модели, стандартная энтальпия образования рассчитывается по формуле

$$\Delta_f H_{298}^0 = f(C_A^S, C_B^S, C_C^S) * q(C_A, C_B, C_C) FP[-(\Delta\varphi^*)^2 + \frac{Q_0}{P} (\Delta n_{ws}^{\frac{1}{2}})^2 - \frac{R}{P}] \quad (1)$$

где  $f(C_A^S, C_B^S, C_C^S) * q(C_A, C_B, C_C)$  - функция концентрации компонентов,

$C_A$  - атомная концентрация компонента А в интерметаллиде ABC,

$C_B$  - атомная концентрация компонента В в интерметаллиде ABC,

$C_C$  - атомная концентрация компонента С в интерметаллиде ABC,

$C_A^S$  - поверхностная концентрация компонента А в интерметаллиде ABC,

$C_B^S$  - поверхностная концентрация компонента В в интерметаллиде ABC,

$C_C^S$  - поверхностная концентрация компонента С в интерметаллиде ABC;

$P, \frac{Q_0}{P}, \frac{R}{P}$  - эмпирические константы для различных групп сплавов;

$\varphi^*$  - параметр электроотрицательности, близкий по значению к работе выхода электрона;

Положительный заряд  $\frac{Q_0}{P} (\Delta n_{ws}^{\frac{1}{2}})^2$  учитывает влияние разности электронной плотности на границе ячеек Вингера-Зейтца у чистых металлов.

Результаты расчетов дают величину  $\Delta_f H_{298}^0 = 1,65 \frac{\text{кДж}}{\text{моль}}$

1. Справочник по пайке. Под ред. И.Е. Петрушина. М.: Машиностроение 2003, 480 с.
2. Miedema A.R. J. Less Common Metals. 1976, 41, №4, p.283-298.

## **ОБРАЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ПРИ ЭРОЗИИ ЭЛЕКТРОДОВ В СИЛЬНОТОЧНОМ ИМПУЛЬСНОМ РАЗРЯДЕ**

Баркалов Е.Е., Койдан В.С., Казеев М.Н., Козлов В.Ф., Толстов Ю.С.

*НИЦ «Курчатовский институт», Москва*

*bark@nfi.kiae.ru*

В [1] предложен новый способ получения нанопорошков из различных электропроводящих материалов. В настоящем докладе представляются результаты исследования эрозии и разрушения поверхности материалов в мощном импульсном разряде. Целью проведенных экспериментов являлось изучение влияния ряда факторов на процессы эрозии поверхности вольфрамовых и графитовых электродов в разряде и на образование мелкодисперсных структур (нанопорошков) в конденсате эродированного вещества.

Сильноточный импульсный разряд инициировался между электродами, изготовленными либо один из графита, а второй из вольфрама, либо оба из вольфрама, в атмосфере аргона (Ar) или ацетилена (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)<sub>n</sub> соответственно при давлении в диапазоне от  $\sim 2 \times 10^{-2}$  до  $\sim 2 \times 10^{-1}$  Торр в металлической разрядной камере. Начальное напряжение на разряде достигало  $\sim 30$  кВ, при этом ток составлял  $\sim 100$ кА и выше, а длительность синусоидально затухающего тока составляла несколько десятков микросекунд.

Внешними факторами в исследованиях выступали:

1. Материал электродов;
2. Состав и давление рабочего газа в разрядной камере;
3. Продольное магнитное поле, генерируемое внешними катушками, для обеспечения макроскопической устойчивости разрядного тока и равновесия плазменного шнура в разряде;
4. Импульсный напуск инертного газа (Ar) для охлаждения паров материалов разрядных электродов при их эрозии, что должно влиять на процесс образования конденсата из этих паров и формирования наноструктур кластеров карбида вольфрама (WC<sub>(1-x)</sub>, WC и W<sub>2</sub>C).

Исследовалось влияние на образование продуктов разряда как отдельно каждого из этих факторов, так и их совокупное воздействие.

Рентгеноструктурный анализ продуктов эрозии показал изменение пропорций содержания в аморфном порошке фракций карбида

вольфрама ( $WC_{(1-x)}$ ,  $WC$  и  $W_2C$ ) в зависимости от условий в экспериментах.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ: проект № 08-08-00761.*

### *Литература*

1. Патент на изобретение № 2475298 «Способ получения нанопорошков из различных электропроводящих материалов». Авторы: Баркалов Е.Е., Койдан В.С., Казеев М.Н., приоритет изобретения 12.07.2011г., зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 20.02.2013г.

## **ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НАНОПОРОШКА $Y_2O_3:Eu$ СИНТЕЗИРОВАННОГО ИСПАРЕНИЕМ В ЛУЧЕ ВОЛОКОННОГО ИТТЕРБИЕВОГО ЛАЗЕРА**

Саматов О.М.<sup>1</sup>, Бекетов И.В.<sup>1,2</sup>, Медведев А.И.<sup>1,2</sup>, Тимошенкова О.Р.<sup>1</sup>,  
Мурзакаев А.М.<sup>1</sup>, Дёмина Т.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург*

<sup>2</sup>*Уральский федеральный университет, Екатеринбург*

*beketov@iep.uran.ru*

Оксид иттрия легированный европием является одним из наиболее часто используемых красных люминофоров и применяется в люминесцентных лампах и плазменных экранах. Экраны с высоким разрешением вызвали дополнительный интерес к получению люминофоров с размерами частиц в нанометровом диапазоне. Целью настоящей работы было исследование возможности получения порошка оксида иттрия легированного европием при лазерном испарении смеси крупнодисперсных порошков.

Для испарения мишени использовался волоконный иттербиевый лазер ЛС-1 с диодной накачкой производства НТО “ИРЭ-Полус”. Длина волны излучения 1070 нм. Излучение фокусировалось на мишень с помощью оптической системы Optoskand d25 f60/200 с фокусным расстоянием 200 мм обеспечивающей на поверхности мишени плотность мощности порядка  $6 \cdot 10^6$  Вт/см<sup>2</sup>.

Для приготовления мишени взяты порошки  $Y_2O_3$  квалификации “для люминофоров” и  $Eu_2O_3$  с удельными поверхностями 6,4 и 5,5 м<sup>2</sup>/г соответственно. Содержание  $Eu_2O_3$  составляло 5 %моль. Из каждого порошка готовилась суспензия в дистиллированной воде с диспергированием в ультразвуковой ванне, затем суспензии сливались вместе и проходили повторную ультразвуковую обработку. После сушки

порошок отжигался при температуре 1200 °С в течение 4-х часов для получения люминофора твердофазным синтезом. Полученный порошок прессовался в “таблетку” диаметром 40 и высотой 12 мм, которая спекалась при температуре 1400 °С.

Испарение мишени проходило в режиме модуляции излучения прямоугольными импульсами на частоте 1 кГц с длительностью импульса на полувысоте 60 мкс. Средняя мощность излучения 60 Вт. Полученный порошок имел удельную поверхность 93 м<sup>2</sup>/г, измеренную методом БЭТ по адсорбции аргона на приборе TriStar 3000, что соответствует среднему размеру частиц 12 нм, если брать среднюю плотность материала 5,1 г/см<sup>3</sup>. Электронная микроскопия (ПЭМ), выполненная на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM 2100 показала, что порошок после лазерного синтеза слабо агломерирован, частицы имеют огранку. Фазовый состав порошка определялся на дифрактометре D8 DISCOVER в медном излучении с графитовым монохроматором на дифрагированном луче. После испарения кристаллическая составляющая содержала одну фазу – твердый раствор на основе Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с моноклинной решеткой и размером областей когерентного рассеяния примерно 12 нм. Оптические характеристики порошка измерены на спектрофотометре Флюорат-02 Панорама. Основной пик излучения состоит из пика 593 нм и двух наложенных пиков с длинами волн 614 и 623 нм, которые вызваны излучательными переходами с уровня <sup>5</sup>D<sub>0</sub> на уровень <sup>7</sup>F<sub>1</sub> локальными центрами иона Eu<sup>3+</sup> в решетке Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

*Работа выполнена при финансовой поддержке проекта фундаментальных исследований Программы президиума РАН № 12-П-2-1024.*

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОЗОЛЯ ЦИРКОНАТА ЛАНТАНА, ПОЛУЧЕНИЕ LZO ПОРОШКОВ**

**Бовина Е.А.**, Клочихина А.В., Котина Г.В., Лукашев Р.В.,

Содержинова М.М., Тарасова Д.В., Чибирова Ф.Х.

*Научно-исследовательский физико-химический институт*

*им.Л.Я.Карпова, Москва*

*Bovina@rambler.ru*

В современных технологиях используется термостойкость цирконата лантана, возможность допирования этого соединения для создания центров флюоресценции. Размер параметров цирконата лантана близок параметрам Ni, что представляет интерес при формировании буферного

слоя в приготовлении сверхпроводников 2-ого поколения. В настоящей работе анионообменный метод применён для синтеза гидрозоля цирконата лантана, который использовался для получения прекурсора LZO в ленточных сверхпроводниках 2-ого поколения, а также для получения порошков  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ , которые могут формироваться, как в структуре флюорита, так и в структуре пироклора. Получение этим методом гидрозолей диоксида церия, оксида иттрия, цирконата лантана описано авторами в более ранних статьях. При получении гидроксидов по реакции осаждения с щелочами наличие ионов  $\text{M}^+$  и  $\text{Cl}^-$  в реакционной среде приводит к коагуляции гидроксидных частиц вследствие экранирования их дзета-потенциала. При синтезе водных золей преимущество ионообменного метода заключается в приготовлении анионодефицитных золей, не содержащих посторонних катионов, что предотвращает коагуляцию и позволяет синтезировать изолированные золи с наноразмерными частицами.

В данной работе показано, как проводится предварительное изучение характеристик процессов происходящих при повышении pH раствора и образовании золей. Приведены кривые pH-метрического титрования растворов 5 mM  $\text{LaCl}_3$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  и смеси растворов 5mM  $\text{LaCl}_3$ + 5mM  $\text{ZrOCl}_2$  (La:Zr= 1:1). Измерены зависимости pH от времени при анионном обмене (кривые обмена). Приведены оптические спектры поглощения золя, гистограммы распределения по диаметру частиц золя, ПЭМ изображения золей  $\text{ZrO}(\text{OH})_2$ ,  $\text{La}(\text{OH})_3$ , LZO, а также ПЭМ порошка  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ . Приведены СЭМ и АСМ изображения LZO плёнок выращенных на STO подложке (001) и на Ni(W6%) ленте ориентации (200). Приведены РФА порошков после термообработки. Рассмотрено старение La-Zr золей.

Проведённые исследования показали, что ионообменным методом получают золь, содержащий наночастицы рентгеноаморфного гидроксидного La-Zr соединения, которое при термообработке кристаллизуется в  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ . Образующийся золь может быть использован для получения буферных слоев цирконата лантана. Даны рекомендации оптимального получения порошков.

**СРАВНЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ  
Sr<sub>2</sub>FeMoO<sub>6</sub>, ПОЛУЧЕННЫХ ТВЕРДОФАЗНЫМ  
И ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДАМИ**

Трусова Е.А.<sup>1</sup>, Каланда Н.А.<sup>2</sup>, Вохминцев К.В.<sup>1</sup>, Петров А.В.<sup>2</sup>,  
Ковалев Л.В.

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>Государственное научно-производственное объединение "Научно-  
практический центр НАН Беларуси по материаловедению", Минск,  
Республика Беларусь

*VoKirill@gmail.com, kalanda@physics.by*

Начиная с 1998 г., ферромагнитные полуметаллические двойные перовскиты с общей формулой  $A_2BB^1O_6$  являются предметом всестороннего изучения, так как они представляют собой перспективные спин-поляризуемые материалы для устройств спинтроники [1]. Их ярким представителем является  $Sr_2FeMoO_{6\pm\delta}$  (SFMO). Тот факт, что монокристаллический SFMO проявляет минимальную магниторезистивность в отличие от поликристаллических аналогов указывает на большое влияние межзеренных границ на процесс формирования первичной межзеренной туннельной магниторезистивности [2]. Установлено, что уменьшение размера поликристаллических частиц SFMO приводит к усилению этого влияния [3,4]. Несмотря на высокую востребованность двойных перовскитов, до настоящего времени остаются нерешенные проблемы, связанные с разработками методов их синтеза. Наиболее широко известными являются твердофазные методы, которые, к сожалению, не всегда могут обеспечить формирование комбинированной кристаллической решетки и необходимую высокую дисперсность ( $\leq 300$  нм). Поэтому в последние 3-5 лет внимание исследователей обращено на более современные подходы к синтезу наноразмерных SFMO, связанные с «мокрыми» (wet) методами [5].

В настоящем сообщении обсуждаются структурные особенности порошков SFMO, полученных различными методами: твердофазным и модифицированным золь-гель синтезом, разработанным ранее для получения полиметаллических оксидных наноструктур [6]. Порошки SFMO были получены твердофазным синтезом из частично восстановленных прекурсоров  $SrFeO_{3-x}$ ,  $SrMoO_{4-y}$  и золь-гель методом с использованием  $Sr(NO_3)_2$ ,  $Fe(NO_3)_3$   $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ . Проведено сравнение текстурных, морфологических и магнитных характеристик порошков, полученных разными методами. Полученные объекты были охарактеризованы комплексом инструментальных методов: РФА, СЭМ,

диффузионно-аэрозольная спектроскопия, мессбауэровская спектроскопия.

Проведено сравнительное исследование порошков с общей брутто формулой  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6\pm\delta}$ , полученных твердофазным синтезом и модифицированным золь-гель методом. Установлено, что полученный твердофазным синтезом порошок обладает высокой фазовой чистотой с концентрацией антиструктурных дефектов  $n=[\text{Fe}_{\text{Mo}}]+[\text{Mo}_{\text{Fe}}]=0.23$  при степени сверхструктурного упорядочения катионов  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Mo}^{5+}$   $P=54\%$ . Этот порошок имеет низкую дисперсность (размер частиц достигал нескольких десятков мкм). Модифицированный золь-гель синтез позволяет получать порошок  $\text{Sr}_2\text{FeMoO}_{6\pm\delta}$  с высокой долей наночастиц ( $\geq 60\%$ ), в котором присутствуют высококоэрцитивные магнитные включения.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 12-08-31052 мол\_а и № 13-03-00350\_а.*

1. K.I. Kobayashi, T. Kimura, H. Sawada. Nature, 1998, 395, 677.
2. Y. Tomioka, T. Okuda, Y. Okimoto, R. Kumai, K.I. Kobayashi, Phys. Rev.: B, 2000, 61, 422.
3. C.L. Yuan, S.G. Wang, W.H. Song, T. Yu, J.M. Dai, S.L. Ye, Y.P. Sun, Appl. Phys. Lett., 1999, 75, 3853.
4. C.L. Yuan, Y. Zhu, P.P. Ong. Appl. Phys. Lett., 2003, 82, 934
5. G. Aldica, C. Plapcianu, P. Badica, C. Valsangiacom, B. Popescu. J. Optoelectronics and advanced materials, 2006, 8, 461.
6. E. A Trusova, K.V. Vokhmintcev, I. V. Zagainov, Wet-chemistry processing of powdery raw material for high-tech ceramics, Nanoscale Research Letters 2012, 7:58

### **ЕСТЬ ЛИ СПИН-ПАЙЕРЛСОВСКИЙ ЭФФЕКТ В НАНО?**

Григорьева А.В.<sup>1</sup>, Барулин А.В.<sup>1</sup>, Гильманов М.И.<sup>2</sup>, Семенов А.В.<sup>2</sup>,  
Демишев С.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва

<sup>2</sup>Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва  
anastasia@inorg.chem.msu.ru

В основе эффекта спин-пайерлсовского эффекта лежит фазовый переход второго рода, связанный с димеризацией однородной цепочки спинов ионов  $\text{Cu}^{2+}$  при низких температурах. Образование антиферромагнитных димеров приводит тому, что магнитная восприимчивость материала экспоненциально спадает до нуля при  $T < T_{\text{SP}}$ ,

что отличает поведение спин-пайерлсовского магнетика от антиферромагнетика. Единственным примером неорганического соединения, демонстрирующего спин-пайерлсовский переход при низких температурах ( $T=T_{Sp}\sim 14$  К), является ромбический германат меди  $\text{CuGeO}_3$ , обладающий анизотропией кристаллической структуры.

Нитевидные нанокристаллы (наностержни)  $\text{CuGeO}_3$  представляют интерес как анизотропный материал с квазиодномерной морфологией, магнитные характеристики которого могут отличаться от магнитных характеристик крупных монокристаллических образцов. Гидротермально синтезированы нитевидные нанокристаллы  $\text{CuGeO}_3$  различной длины и с разным форм-фактором, магнитные характеристики нанокристаллов изучались методом ЭПР-спектроскопии.

Кроме того, было выполнено легирование нанокристаллов  $\text{CuGeO}_3$  магнитными примесями никеля и железа, изучено влияние магнитных ионов на магнитную медь-кислородную подсистему германата меди. Известно, что увеличение степени замещения ионов меди магнитными примесями, в том числе  $\text{Ni}^{+2}$ , должно приводить к подавлению спин-пайерлсовского эффекта и переходу парамагнетика в антиферромагнитное состояние при температуре Нееля  $\sim 10$  К. Для образцов наностержней германата меди, легированного никелем со степенями замещения 2 ат.% и 4 ат.%, наблюдалось исчезновение спин-пайерлсовского эффекта, причем температурная зависимость динамической магнитной восприимчивости ниже 7 К может быть описана степенным законом  $\chi\sim 1/T^\xi$ . Величина  $g$ -фактора для исследованных образцов составила 2.14.

## **АКТИВАЦИЯ НАНОЧАСТИЦ СИЛИКАТ-ГИДРАТА КАЛЬЦИЯ В ПРОЦЕССЕ ГИДРАТАЦИИ ПОРТЛАНДЦЕМЕНТА ПО ДАННЫМ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ**

Гурьянов А.М.<sup>1</sup>, Лебедев В.М.<sup>2</sup>, Лебедев В.Т.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Самарский государственный архитектурно-строительный университет, Самара*

<sup>2</sup>*Петербургский институт ядерной физики*

*им. Б.П. Константинова, Гатчина*

*gurjanovam@mail.ru*

В процессе гидратации портландцементного клинкера безводные минеральные составляющие переходят в соответствующие кристаллогидраты. Преобладание соединений  $\text{CaO}$  и  $\text{SiO}_2$  приводит к тому, что в данном процессе определяющее значение имеет образование

частиц силикат-гидрата кальция (C-S-H). Это класс соединений переменного состава, отвечающих условной формуле  $x\text{CaO} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{H}_2\text{O}$ , где  $x, y$  и  $z$  – молярные доли с основностью  $C/S=0,5 \div 3,0$ . В результате твердения цемента образуется гелеобразный каркас из наночастиц C-S-H. При этом содержание различных гидратных новообразований меняется, а характерный масштаб структур переходит от наноуровня (гелевая структура гидратных новообразований) на микроуровень, соответствующий размеру образующихся цементных частиц. Структурирование наночастиц C-S-H, скорость и степень гидратации влияют на свойства формируемого цементного камня. Помимо заполнителей и цементной матрицы можно выделить еще один структурный компонент – контактную зону, которая является наиболее слабым звеном в цементном камне. Для нее характерно пониженное содержание C-S-H, более высокое водоцементное соотношение, преобладание пор. Управлять процессом структурообразования цементного камня можно введением наноразмерных наполнителей и модификаторов, как химически активных, так и инертных к компонентам цементных композиций, позволяющих увеличить количество кристаллических новообразований, снизить объем и размеры пор, упрочнить контактную зону. В качестве таких добавок в работе рассматривались карбонатные, алюмощелочные, алюмокальциевые и гидроксидные минеральные шламы, углеродные наноматериалы. Рассмотрены также различные сочетания данных добавок, использование поверхностно-активных веществ.

На дифрактометре «Мембрана-2», установленном на реакторе ВВР-М Петербургского института ядерной физики, методом малоуглового рассеяния нейтронов исследовалась динамика изменений со временем (до 6 месяцев) структуры образцов гидратированного, как бездобавочного, так и модифицированного активирующими добавками, портландцемента. Длина волны нейтронов  $\lambda = 0,3 \text{ nm}$  при ширине линии  $\Delta\lambda/\lambda = 0,3$ . Диапазон передаваемых импульсов  $q = (4\pi/\lambda)\sin(\theta/2)$  от  $0,03 \text{ nm}^{-1}$  до  $0,8 \text{ nm}^{-1}$ . Рассеянные на образцах нейтроны регистрировались 41-канальным  $^3\text{He}$ -детектором в интервале углов  $-2^\circ \leq \theta \leq 2^\circ$ .

Сечения рассеяния  $\sigma(q)$ , отнесенные к единице объема исследуемого вещества и к единичному телесному углу, как функции переданного нейтронного импульса  $q$ , получались из экспериментальных спектров малоуглового рассеяния с учетом фона и вклада прошедшего через образец пучка без взаимодействия с ним (трансмиссии) при нормировке данных на интенсивности рассеяния для стандартного образца с известным сечением (1 мм  $\text{H}_2\text{O}$ ). Фурье-преобразованием (с помощью

программного пакета ATASAS) из полученных экспериментальных данных для сечений рассеяния нейтронов восстанавливались корреляционные функции  $G(R)$  распределения рассеивающих объектов в диапазоне расстояний 0–100 nm.

В работе рассмотрена динамика изменений во времени корреляционных функций рассеивающих объектов. Получены количественные характеристики роста наночастиц C-S-H в цементных композициях в процессе гидратации. По полученным зависимостям интенсивностей малоуглового рассеяния нейтронов от переданного нейтронного импульса, построенным в двойных логарифмических координатах, определены фрактальные свойства рассеивающих структур. Изменения фрактальной размерности сопоставляются с механическими свойствами образцов гидратированных цементных композиций.

## СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НИЗКОРАЗМЕРНОГО ТРИВАНДАТА АММОНИЯ

Захарова Г.С., Куриленко А.С.

*Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург  
volkov@ihim.uran.ru*

Интерес к низкоразмерным ванадатам аммония различного состава обусловлен возможностью их использования в качестве катодного материала обратимых литиевых батарей, характеризующихся высокой емкостью и хорошей циклируемостью.

В настоящем сообщении представлены результаты по синтезу, морфологии, структуре и ионоселективным свойствам низкоразмерного триванадата аммония  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$ .

Разработан метод синтеза триванадата аммония, позволяющий получать  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  различной морфологии. Синтез проводят гидротермальной обработкой метаванадата аммония  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , используемого в качестве прекурсора, в присутствии органических кислот. Соединение кристаллизуется в моноклинной сингонии с параметрами элементарной ячейки  $a = 4.9993 \text{ \AA}$ ,  $b = 8.4230 \text{ \AA}$ ,  $c = 7.8490 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 96.4260^\circ$ . Установлено, что морфология продукта зависит от кислотности и концентрации ванадия в реакционной массе.

При  $\text{pH} = 2.5$  и концентрации ванадия 0.03 М образуются кристаллы  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  размером 11–23 мкм с морфологией подобной 3D-розам, состоящих из пластинок шириной 2–6 мкм и толщиной 500–800 нм (рис. 1а). При  $\text{pH} = 3$  и концентрации ванадия в растворе 0.13 М образуются

частицы  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  подобные челноку длиной 29–34 мкм, шириной 13–16 мкм и толщиной 1.2–1.5 мкм (рис. 1б).

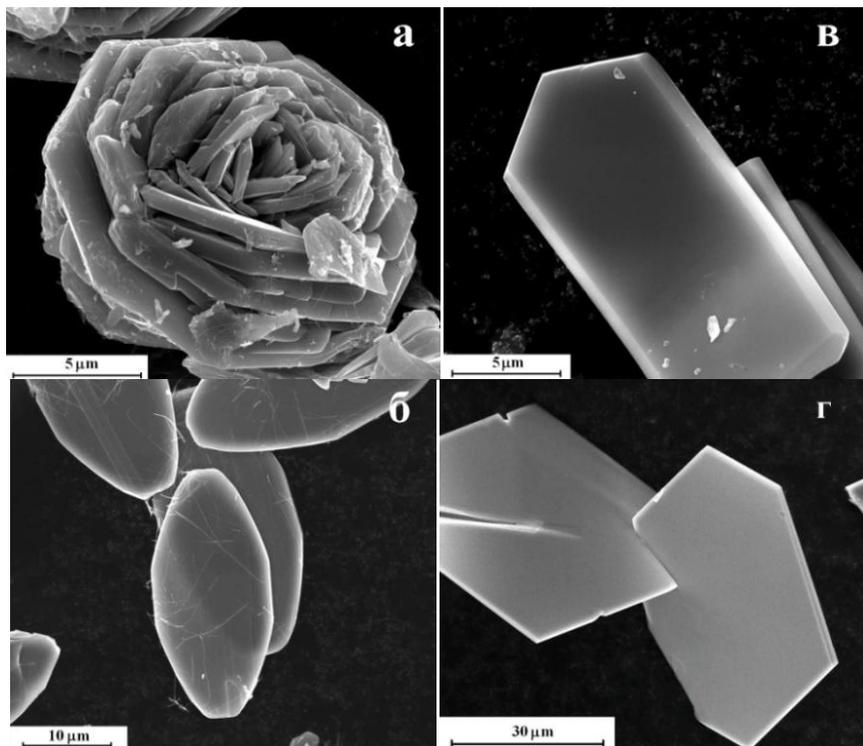


Рис. 1. СЭМ-изображения  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$ , синтезированного при pH = 2.5 (а), 3 (б), 4(в) и 4.5÷ 5.5 (г).

Монокристаллы триванадата аммония в форме микроремней длиной 25–45 мкм, шириной 10–15 мкм и толщиной 600–900 нм образуются при pH = 4 и  $C_V = 0.01$ –1 М (рис. 1в). В интервале pH = 4.5–5.5 и  $C_V = 0.01$ –1 М синтезированные частицы  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  имеют форму пластин длиной 60–80 мкм, шириной 30–60 мкм и толщиной 1.1–2.3 мкм (рис. 1г). Согласно диаграмме состояния ионов ванадия в зависимости от pH среды и концентрации в растворе, синтез триванадата аммония с уникальной морфологией возможен только в случае существования лишь определенной ионной формы ванадия. Также установлено, что на морфологию продукта оказывает влияние преобладающий тип реакции конденсации поливанадат-иона (оляция или оксоляция).

Синтезированный триванадат аммония  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  охарактеризован методами ИК-, КР-спектроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрией.

Низкоразмерный  $\text{NH}_4\text{V}_3\text{O}_8$  предложено использовать в качестве электродного материала пленочного ионоселективного электрода. Данный электрод обладает аммонийной функцией в интервале  $1 \leq \text{pH} \leq 5$  с угловым коэффициентом  $38 \pm 2 \text{ мВ/рС}_{\text{NH}_4^+}$ .

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-03-00146) и программы Президиума РАН (проект № 12-П-3-1015).*

### **РАЗРАБОТКА ПРОТОТИПА ТЕХНОЛОГИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА МИКРОННЫХ ПОРОШКОВ НИТРИДОВ СИСТЕМЫ Fe-N**

Ковалев Е.П., Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Гнедовец А.Г.,  
Зеленский В.А.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
ker@imet.ac.ru*

Высокоэффективные магнитно-мягкие материалы с большой магнитной индукцией играют значительную роль в перспективных разработках современных конструкций радиоэлектронных устройств, машин, механизмов, а также технологических процессов. Применение материалов с более высокими магнитными показателями, по сравнению с существующими, может обеспечить улучшение эксплуатационных характеристик изделий: более эффективное поглощение электромагнитной энергии; уменьшение отражающих поверхностей наземных и морских объектов; противолокационной маскировки летательных аппаратов; увеличение безопасности испытательных камер для исследований антенных и СВЧ- устройств. Вполне возможно использование этих порошковых материалов в качестве новых типов лекарственных форм при реализации технологий адресной доставки лекарств к определенным тканям и клеткам (ядро частиц - ферромагнитная фаза, оболочка - коррозионностойкая фаза).

В последнее время значительное внимание уделяется нитридам железа в качестве эффективных магнитных материалов из-за их уникальных свойств - высокая намагниченность насыщения и коррозионная стойкость [1-2]. В состав этих соединений, которые являются относительно недорогими в производстве и экологически чистыми, не входят редкоземельные элементы. У них есть огромный потенциал для замены магнитных материалов на основе редких металлов, таких как Fe-

Pt и Nd-Fe-V. Нитриды железа классифицируются как промежуточные соединения, их кристаллические структуры и магнитные свойства зависят от содержания азота. Типичные нитриды железа:  $\alpha$ ' -  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  (ОЦТ);  $\gamma$ ' -  $\text{Fe}_4\text{N}$  (ГЦК) и  $\varepsilon$ ' -  $\text{Fe}_3\text{N}$  (ГПУ), являются ферромагнетиками при комнатной температуре.  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  при этой температуре обладает метастабильным состоянием [1]. В результате проведенных исследований были синтезированы микронные порошковые материалы на основе низших и высших нитридов системы Fe-N. Методами Оже-спектроскопии и количественного рентгенофазового анализа получена информация об элементном и химическом составе нитридов железа. При температурах в диапазоне 300-350 °С в объемах микрокристаллов идентифицированы  $\text{Fe}_3\text{N}$  и  $\text{Fe}_4\text{N}$  фазы в виде композиций с непрореагировавшим  $\alpha$ -Fe без посторонних примесей. Наибольшая массовая концентрация фазы  $\text{Fe}_4\text{N}$  наблюдалась при температуре синтеза 350 °С и времени 60 минут ( $\alpha$ -Fe-14,70 %,  $\text{Fe}_3\text{N}$ -24,50 %,  $\text{Fe}_4\text{N}$ -60,80 %).

При температуре синтеза 165 °С и времени 420 минут были получены микрочастицы карбонильного железа с пористым нанопокрытием толщиной ~10-15 нм. Это нанопокрытие в первом приближении соответствует соединению  $\sim\text{Fe}_{15,7}\text{N}_2$ . Микрочастицы представляли собой композиционную систему «ядро-оболочка»: ядро- $\alpha$ -Fe; оболочка- $\text{Fe}_{15,7}\text{N}_2$ . Таким образом, реализована принципиальная возможность получения микронных коррозионностойких порошковых материалов на основе низших и высших нитридов Fe-N в виде объемной композиции и в виде системы «ядро-оболочка» при относительно невысоких температурах.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов Российского фонда фундаментальных исследований 12-08-00838-а и 11-08-00743-а.*

#### *Литература*

1. Minagawa M., Yanagihara H., Kishimoto M., Kita T. Synthesis of  $\varepsilon$ - $\text{Fe}_x\text{N}$  ( $2 \leq x \leq 3$ ) submicron particles and the diffusion mechanism of nitrogen atoms. *Materials Transactions*, 2010, Vol. 51, No. 12, pp. 2173-2176.
2. Leineweber A. Mobility of Nitrogen in  $\varepsilon$ - $\text{Fe}_3\text{N}$  below 150 °C: The Activation Energy for Reordering. *Acta Materialia*, 2007, Vol. 55, pp. 6651-6658.

## РЕГУЛИРОВАНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ ПРИ СИНТЕЗЕ В ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКАХ

Колесников А.В.

*Технологический университет Тсване, Южно-Африканская Республика  
kolesnikova@tut.ac.za*

В данной работе представлены экспериментальные и теоретические результаты синтеза наночастиц оксида алюминия  $Al_2O_3$  из металлического алюминия в потоке воздушной низкотемпературной плазмы с добавкой кислорода. Использовались одноструйный и многоструйный плазмохимические реакторы с закалкой потоком холодного газа, водохлаждаемой стенкой и без закалики. Исследованы эффекты полей температуры и скорости в реакторе на средний размер частиц и функцию распределения частиц по размерам. Экспериментальные результаты демонстрируют возможность более гибкого управления размерами частиц в многоструйном реакторе. Синтезированные сферические нанопорошки оксида алюминия имели контролируемую удельную поверхность в диапазоне 4-80  $m^2/g$ . Фазовый состав представлен в основном  $\gamma$ - и  $\delta$ -фазами  $Al_2O_3$ . Интерпретация экспериментальных результатов основана на численном анализе (метод вычислительной гидродинамики) поля течения и температурного распределения в потоке плазмы с учетом движения и нагрева частиц сырья.

## 3D МОДЕЛИРОВАНИЕ ТРАНСПОРТА ЭНЕРГИИ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВЫХ СРЕДАХ С МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ЧАСТИЦАМИ

Костенков С.Н., Харанжевский Е.В.

*Удмуртский государственный университет, Ижевск  
eh@udsu.ru*

Представлены результаты 3D численного моделирования распространения лазерного излучения в ультрадисперсной порошковой среде, состоящей из металлических частиц. Моделирование выполнялось как для модельных гетерогенных сред вакуум/металлическая частица, так и для сред, соответствующих физическому эксперименту, в котором порошковая среда, состоящая из нанокompозитных частиц Fe-Ni, с размерами частиц от 0,1 до 3 мкм, подвергалась облучению наносекундным лазером с длиной волны 1,06 мкм. Размер частиц порошка сопоставим с длиной волны лазера, поэтому в работе

обосновано использование модели, основанной на численном решении уравнений, полученных на основе уравнений электродинамики. Данная модель принимает во внимание все физические процессы, происходящие при распространении излучения в ультрадисперсной порошковой среде с металлическими частицами.

По данным численного моделирования получены характеристики транспорта энергии лазерного излучения в зависимости от следующих параметров: плотность насыпки порошка; средний размер частиц порошка; дисперсионный состав; коэффициент отражения от поверхности металлических частиц; длина волны лазерного излучения. Статистическая обработка результатов позволила установить, что такие характеристики транспорта энергии, как распределение энергии лазерного излучения по объему порошковой среды, абсорбция энергии порошковой средой в целом, доля энергии, поглощенной частицами порошка могут быть описаны аналитическими выражениями.

Ценность полученных результатов заключается в возможности реализации концепции многомасштабного моделирования физических процессов. Лазерная обработка порошковых металлических сред используется в технологиях селективного лазерного спекания и селективного лазерного плавления (SLS, SLM). Данные технологии широко развиваются и используются для изготовления прототипов деталей, а также непосредственно самих металлических деталей путем послойного плавления порошка по заданной программе. Моделирование транспорта энергии лазерного излучения необходимо для оценки параметров процесса спекания и расчета процессов теплопереноса в процессе спекания. Моделирование теплопереноса и структурообразования при лазерной обработке порошковых сред позволяет оптимизировать технологию спекания для получения качественных металлических изделий.

Результаты математического моделирования были подтверждены экспериментальными данными по распространению излучения в дисперсной порошковой среде с нанокompозитными частицами Fe-Ni.

**ФРАКТАЛЬНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ СУПЕРКЛАСТЕРОВ GaSb,  
ПОЛУЧЕННЫХ НЕРАВНОВЕСНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ  
ИЗ РАСПЛАВА**

Битюцкая Л.А., Куцельк Т.В.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
kaimt@mail.ru, me144@phys.vsu.ru*

Наноструктурированные полупроводники группы  $A^{III}B^V$  представляют интерес для применения в электронных и оптоэлектронных приборах. Одним из материалов этой группы, вызывающих большой интерес, является антимонид галлия, очень привлекательный для создания лазеров, модуляторов и детекторов. Фундаментальная запрещенная зона GaSb лежит в области 1,55 мкм, что ниже окна затухания кварцевых оптических волокон. В настоящее время много работ посвящено формированию планарных структур – квантовых точек и нанонитей на основе антимонида галлия [1,2]. Однако, в силу ряда причин, существует предел концентрации на единицу площади этих нанообъектов. Поэтому интерес представляют 3D наноструктуры с другим способом организации нанообъектов. Например, фрактальная организация создает предпосылки для возникновения значительных коллективных эффектов. В [3] показано, что за счет взаимодействия частиц в полупроводниковых фрактальных структурах происходит усиление лазерного поля далеко от собственной частоты системы.

Настоящая работа посвящена изучению морфологии и иерархии масштабов сфероидальных частиц антимонида галлия. Частицы GaSb были получены оригинальным методом неравновесной кристаллизации из стехиометрического расплава. При неравновесной кристаллизации образовывался конгломерат сфероидальных частиц с диаметрами в интервале 0.1 – 0.001 см, плотность которых была ниже кристаллической. Для изучения морфологии поверхности и объема частиц GaSb были использованы методы атомно-силовой и электронной микроскопий. Поверхность частиц GaSb состояла из сфероидальных частиц меньшего размера. Морфология частиц в объеме изучалась на сколах GaSb диаметром 0,03 см методом АСМ. Проводились следующие процедуры: получение сколов GaSb в жидком азоте, сканирование in situ сколов с увеличивающимся разрешением: 2x2, 1,6x1,6, 1x1 0,8x0,8, 0,6x0,6 мкм., при фиксированном положении зонд-подложка. На всех масштабах наблюдался одинаковая морфология – система фрактально связанных сфероидальных частиц (эффект самоподобия). При обработке методом вейвлет-анализа АСМ топограмм сколов частиц при разных разрешениях подтвержден самоподобный характер взаимосвязи масштабов

наноструктуры и сделана оценка иерархических уровней: 20, 60, 130, 260, 330 и 700 нм. Существование подобных структур теоретически предсказал А.Л. Мэкай в работах и идентифицировался как суперкластеры [4].

Необычное строение частиц GaSb подтверждается рамановской спектроскопией. Рамановская спектроскопия проводилась при длине волны возбуждающего излучения 532 нм. и мощности 0,2 мВт. Помимо основного пика  $230\text{ см}^{-1}$ , наблюдается ряд дополнительных:  $1290\text{ см}^{-1}$ ,  $1570\text{ см}^{-1}$ , связанных с особенностями строения. Т.о. можно утверждать, что при неравновесной кристаллизации из расплава антимонида галлия образуются 3D фрактальные суперкластеры GaSb, образующие систему иерархически связанных структурных единиц разных масштабов. Это создает предпосылки для наблюдения коллективных эффектов в данной структуре.

*Литература:*

1. Д.С.Абрамкин, М.А. Путьято, А.К. Гутаковский и др. Физика и техника полупроводников – 2012 – т.46,№12, с. 1571-1575
2. Xiuli Zhou, Wei Guo, Alejandro G Perez-Bergquist и др. Nanoscale research letters – 2011 – V.6, P.1-6
3. V.A. Markel, L.S. Muratov, M.I. Stockman Phys.Rev. – 1991 – V. 43 №10 – P. 8183-8185
4. Mackay A.L. ActaCrystallogr. – 1962. – V.15. – P.916-918.

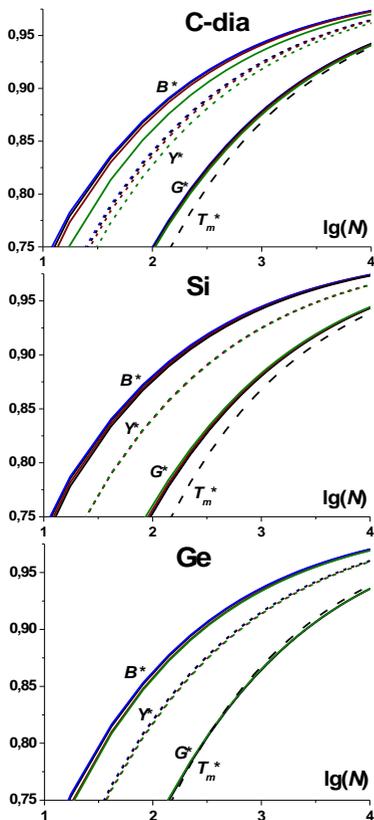
## **ОБ УПРУГИХ СВОЙСТВАХ НАНОКРИСТАЛЛОВ**

**АЛМАЗА, Si И Ge**

Магомедов М.Н.

*Институт проблем геотермии Дагестанского НЦ РАН, Махачкала  
mahmag4@mail.ru*

Используя модель нанокристалла в виде прямоугольного параллелепипеда с варьируемой формой поверхности (RP-модель) [1], изучена зависимость изотермического модуля упругости  $B$ , коэффициента Пуассона  $\mu$ , модуля Юнга  $Y$ , модуля сдвига  $G$  и температуры плавления  $T_m$  от размера (числа атомов  $N$ ) и формы поверхности нанокристалла простого вещества. Конкретные расчеты нормированных (на значение для макрокристалла) функций  $B(N)^*$ ,  $\mu(N)^*$ ,  $Y(N)^*$ ,  $G(N)^*$  и  $T_m(N)^*$  проведены для алмаза (C-dia), кремния (Si) и германия (Ge) вдоль изотерм: 100 К, 300 К, 1000 К, и при температуре



данном масштабе изотермические зависимости упругих модулей для кремния и германия сливаются.

Для этих функций выполняется:

$$B(N)^* > Y(N)^* > G(N)^* \cong T_m(N)^*.$$

Размерное изменение параметра решетки нанокристалла зависит от температуры: при низких температурах поверхностное давление сжимает, а при высоких температурах – растягивает нанокристалл.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН (проект № П-2.1) и РФФИ (грант № 12-08-96500-р-юг-а).*

1. Магомедов М.Н. Изучение межатомного взаимодействия, образования вакансий и самодиффузии в кристаллах. – М.: Физматлит, 2010. – 544 с.

плавления макрокристалла:  $T_m = 4300$  К – для C-dia, 1685 К – для Si, 1212 К – для Ge.

Показано, что  $B(N)^*$  уменьшается при уменьшении  $N$  тем заметнее, чем выше температура. Коэффициент Пуассона возрастает при изоморфном уменьшении размера нанокристалла тем заметнее, чем ниже температура. При отклонении формы кристалла от наиболее энергетически устойчивой формы нанокристалла (для RP-модели это куб) размерные изотермические зависимости  $B(N)^*$  и  $\mu(N)^*$  усиливаются.

На рис. показаны изотермо-изоморфные (для формы куба) зависимости от аргумента  $\lg(N)$  для алмаза, кремния и германия (сверху вниз) следующих нормированных функций: модуля упругости  $B^*$  – верхние сплошные кривые, модуля Юнга  $Y^*$  – средние пунктирные кривые, модуля сдвига  $G^*$  – нижние сплошные кривые и температуры плавления  $T_m^*$  – нижние пунктирная кривая.

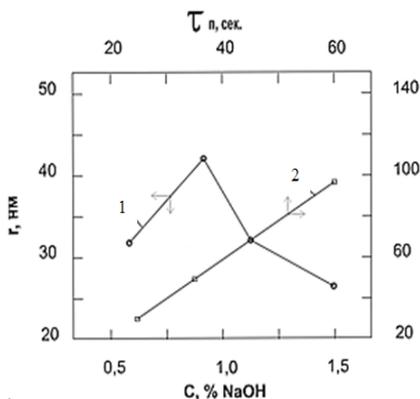
В каждой четверке изотерм верхняя кривая –  $T = 100$  К, нижняя –  $T_m$ . В

## ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ЭКСПЕРИМЕНТА НА РАЗМЕР НАНОЧАСТИЦ АМОРФНОГО КРЕМНЕЗЕМА

Даудова А.Л., Межидов В.Х., Абдуллаев А.М., Эльмурзаев М.Б.

*Грозненский государственный нефтяной технический университет, Грозный  
nizkp@mail.ru*

В источниках, посвященных технологии получения аморфного кремнезёма из жидкого стекла, указываются не все условия эксперимента, определяющие размер наночастиц ( $r$ ). Поэтому нами исследована зависимость  $r$  от параметров, доступных для контроля в лабораторных опытах: концентрации компонентов, их температуры, pH, продолжительности термостатирования, перемешивания, отстаивания и т.д. Все эксперименты, указанные в таблице, проводили со свежеприготовленными водными растворами: 5%- жидкого стекла ( $\rho=1,4\text{г/см}^3$ ); 2н- серной кислоты и 2н- гидроксида натрия. При изучении влияния концентрации гидроксида натрия на размер наночастиц к 10мл. раствора жидкого стекла вводили раствор серной кислоты до получения  $\text{pH} > 7$ . Далее перемешивали раствор на предварительно подогретой магнитной мешалке одну минуту, где температура поднималась до  $40^\circ\text{C}$  и добавляли по каплям раствор гидроксида натрия. Через две минуты раствор снимали с магнитной мешалки при  $t=64^\circ\text{C}$  и  $\text{pH}$  в пределах от 8 до 9. В растворе начинается формирование наночастиц, на что указывает свечение Тиндаля. В зависимости от концентрации гидроксида натрия свечение Тиндаля усиливается в течение 1-5 суток. Полученные золи устойчивы 1-20 суток. В таблице приведены объемные соотношения компонентов, при которых получены наночастицы аморфного кремнезема. Радиусы наночастиц, полученных в растворе, определяли на приборе Horiba LB 550 и представлены на рис. (зависимость 1). Для изучения влияния времени перемешивания  $\tau$  раствора на радиус наночастиц перед введением раствора гидроксида натрия к 88,5% раствору жидкого стекла добавляли 10,62% раствора серной кислоты и ставили три таких образца на магнитную мешалку на 25, 35 и 60 сек. соответственно. Затем добавляли к этим образцам 0,88% раствора гидроксида натрия, перемешивали 2 мин. и определяли зависимость  $r$  от  $\tau$  (Рис. зависимость 2).



Водные растворы	Номера опытов, состав смеси, об.%			
	1	2	3	4
жидкого стекла	88,80	88,57	88,33	88,1
серной кислоты	10,65	10,62	10,60	10,57
гидроксида натрия	0,53	0,79	1,06	1,32

Аналогичные зависимости для радиуса наночастиц нами получены от времени перемешивания раствора после добавления гидроксида натрия, от концентрации жидкого стекла, его температуры.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственный контракт №16.552.11.7088)*

## **ВЛИЯНИЕ МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШИХТЫ НА МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВОГО МАГНИТОТВЁРДОГО СПЛАВА 22X15K**

Алымов М.И., Миляев И.М., Зеленский В.А., Юсупов В.С.,  
Анкудинов А.Б., Миляев А.И.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва  
imet@imet.ac.ru*

Интенсификация технологических процессов производства постоянных магнитов методами порошковой металлургии является важной задачей как с точки зрения повышения производительности труда, так и с точки зрения снижения энергоёмкости всего производства. Наиболее очевидный путь решения этой задачи в первую очередь связан с механоактивацией (МА) и механосплавлением (МС) исходной порошковой шихты, т.к. именно эти операции позволяют снизить температуру и время спекания и тем самым снизить энергоёмкость всего технологического цикла производства.

В рамках выполнения проекта ФЦП «Синтез высококоэрцитивных материалов на основе сплавов системы Fe-Cr-Co методами механоактивации» проведено изучение влияния механоактивации шихты магнитотвёрдого сплава Fe-22Cr-15Co-1Ti-1Si (22X15K) путём её

интенсивной пластической деформации при сухом (в атмосфере Ar) и мокром (в спирте) помоле в планетарной шаровой мельнице Retsch PM 400 с мелющими шарами из стали ШХ-15 диаметром 8-10 мм.

Таблица 1.

Среда помола	Время помола мин	Т-ра спекания °С	$V_f$ Тл	$H_{св}$ кА/м	$(BH)_{\max}$ кДж/м <sup>3</sup>
Без помола	-	1420	1,35	47,0	40,5
Ar	1	1420	1.26	43.3	28.8
Ar	5	1420	1,11	41,8	21,1
Ar	15	1420	0.03	4.6	0
Ar	60	1420	0.03	4.5	0
Спирт	15	1420	1,24	43,7	28,1
Вода	15	1420	0,62	26,2	4,5
Спирт	15	1350	1,25	33,2	23,6
Спирт	15	1300	1,17	43,5	25,0
Спирт	15	1250	0,98	32,9	12,7
Спирт	5	1420	1,25	32,7	22,7
Спирт	5	1350	1,28	31,0	22,7
Спирт	5	1300	1,26	44,2	31,8
Спирт	5	1250	1,13	39,7	21,1
Спирт	45	1420	0,85	36,4	11,5
Спирт	45	1350	0,82	35,9	10,6
Спирт	45	1300	0,67	31,6	7,3
Спирт	45	1250	0,50	28,0	4,5

В шихте исследуемого сплава использовали промышленные порошки Fe (ПЖРВ), Cr (ПХЕ-1), Co (ПК-1У), которые смешивали в турбулентном смесителе С2.0 в течение 3-5 часов. Формование образцов диаметром 13,6 мм и высотой 20 мм проводили на ручном гидравлическом прессе при давлении 600 МПа, спекание – в шахтной печи СШВ-1,25/24=И1 в вакууме  $10^{-2}$  Па. Измерение магнитных гистерезисных свойств спечённых и термообработанных образцов выполняли на гистерезисграфе Permagraph L. Магнитные гистерезисные свойства порошкового магнитотвёрдого сплава 22Х15К в зависимости от среды, времени помола и температуры спекания приведены в таблице 1. Обсуждение полученных результатов проведено с учётом результатов исследования механообработанной шихты методами рентгеноструктурного анализа и Мёссбауэровской спектроскопии.

## ЗАКОНОМЕРНОСТИ СИНТЕЗА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ $MgAl_2O_4$ МЕТОДОМ СООСАЖДЕНИЯ

Попов В.В., Петрунин В.Ф., Коровин С.А.

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва  
victorvpopov@mail.ru, VFPetrinin@mephi.ru*

В настоящее время магний-алюминиевая шпинель ( $MgAl_2O_4$ ) в силу уникального сочетания физико-химических свойств (высокой температуры плавления, химической и радиационной стойкости, небольшой теплопроводности и электропроводности и т.п.) широко используется во многих отраслях промышленности при производстве огнеупорных материалов, конструкционной и диэлектрической керамики, носителей катализаторов и сорбентов, в качестве добавок для получения дисперсно-упрочненной оксидами стали, используемой в качестве конструкционной для стенок ядерных реакторов. В литературе описано несколько подходов для получения порошков  $MgAl_2O_4$ : путем твердофазного синтеза (сплавлением как чистых индивидуальных оксидов, так и в расплавах солей); механохимического синтеза; а также с использованием методов синтеза из растворов (золь-гель из алкоксидов, соосаждением солей). При этом способ синтеза и условия его проведения оказывают определяющую роль на физико-химические свойства синтезируемых материалов.

Целью данной работы было выяснение влияния различных факторов (тип щелочного агента, порядок сливания компонентов, pH, температура прокаливания) на фазовый состав и структурные параметры нанокристаллических порошков  $MgAl_2O_4$ , синтезируемых методом обратного соосаждения с последующим изотермическим отжигом полученных прекурсоров.

Было установлено, что при увеличении pH конечной суспензии от 9 до 11 происходит существенное изменение фазового состава синтезированных осадков прекурсора. При pH 9 основным получаемым продуктом является байерит  $\alpha-Al(OH)_3$  (PDF 20-0011) (ОКР 6 нм). Увеличение pH до 10 приводит к появлению, наряду с  $\alpha-Al(OH)_3$  (ОКР 6 нм), дополнительных пиков, соответствующих смешанному двойному гидроксиду Mg и Al (ОКР 4 нм), идентифицированному как  $Mg_6Al_2(OH)_{12} \cdot 4,5H_2O$  (PDF 35-0965). Дальнейший рост pH до 11 вызывает существенное увеличение размеров кристаллитов  $\alpha-Al(OH)_3$  (ОКР 70 нм) при практически неизменном размере кристаллитов двойного гидроксида (ОКР 4 нм).

Термообработка прекурсора, осажденного при pH 9, приводит при  $400^\circ C$  к получению нанокристаллитов  $\gamma-Al_2O_3$  (ОКР 3 нм) (PDF 29-0063).

Рост температуры до 800 – 1000°C вызывает, наряду с увеличением ОКР  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  до 7 нм, появление дополнительных фаз  $\delta\text{-}$  и  $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$  (ОКР от 10 до 20 нм). Дальнейшее увеличение температуры до 1200°C приводит к фазовому переходу метастабильных фаз  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в термодинамически стабильную модификацию – корунд  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (PDF 46-4212), что сопровождается резким ростом величины ОКР до 69 нм. Кроме того, было обнаружено, что данный порошок, наряду с корундом содержит примесь  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (9,8 %, 31 ОКР нм). Увеличение pH осаждения до 10 приводит к тому, что прокаливание прекурсора уже при 400°C приводит к исчезновению пиков исходных гидроксидов и образованию сильно уширенных пиков, указывающих на формирование нанокристаллитов  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (PDF 21-1152). Дальнейшее увеличение температуры приводит к росту величины ОКР синтезируемой  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ . Аналогичные зависимости были получены при термообработке прекурсора, синтезированного при pH 11. Следует отметить, что в случае обратного осаждения наряду с основной фазой  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (96,4 %, ОКР 23 нм) образуется примесь  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (3,6 %, ОКР 14 нм).

Проведение электронно-микроскопических исследований показало, что получаемые в результате термообработки первичные частицы шпинели  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (близкие по размеру с величиной ОКР) объединены в прочные агрегаты размером порядка от 200 - 300 нм до 1 мкм, что хорошо совпадает с данными, полученными методом ФКС.

## МОДЕЛИРОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОКЛАСТЕРОВ СИЛИЦИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

Битюцкая Л.А., Глушков Г.И., Попов С.В., Тучин А.В.  
*Воронежский государственный университет, Воронеж*  
*me144@phys.vsu.ru*

Основной задачей исследований в области полупроводниковой спинтроники является поиск магнитных материалов, позволяющих поляризовать по спину носители заряда и инжектировать их в полупроводник. Особый интерес вызывают силициды переходных металлов, т.к. они широко используются в микроэлектронике для формирования межсоединений и затворов. Однако магнитные свойства силицидов 3d-металлов проявляются при достижении наноразмеров. Wu с соавторами [1] методом DFT показал, что ультратонкие пленки моносилицидов Mn Si и CoSi со структурой CsCl имеют эффективный магнитными момент 1.07-1.90  $\mu_B/\text{Mn}$  и 0.38-0.63  $\mu_B/\text{Co}$  при толщине пленок от одного до трех монослоев. Seo, Lee методом CVD получили

нанонити моносилицида CoSi со структурой P213 диаметром менее 30 нм, обладающих ферромагнитными свойствами  $\mu_{\text{эфф}} = 1.37 \pm 0.53 \mu_B/\text{Co}$  [2]. Понижение размерности силицидов приводит к увеличению отношения числа поверхностных атомов переходного металла по отношению к объемному и усилению магнитных свойств [2].

Целью работы является теоретическое исследование влияния конфигурации и числа атомов на магнитные свойства самоорганизованных кластеров силицидов переходных металлов  $\text{TMSi}_n$  ( $\text{TM}=\text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe}, \text{Mn}$ ;  $n=4, 7, 8$ ). Упомянутые структуры на основе наноструктурированных силицидов переходных металлов могут быть использованы как материалы для магнитооптических запоминающих устройств, что было продемонстрировано нашей научной группой.

Неограниченным методом DFT в кластерном приближении проводились расчеты полной энергии ( $E_{\text{tot}}$ ), приведенной энергии связи ( $E_b$ ) и эффективного магнитного момента ( $\mu_{\text{эфф}}$ ). В качестве обменного функционала выбран B3LYP. В качестве базисного набора выбран валентно-расщепленный базис 6-31G(dp). Расчеты проводились в программном комплексе Gaussian03. Оценка стабильности кластеров проводилась в терминах энергии связи ( $E_b$ ).

Для исследования размерных магнитных свойств на базе элементарных кластеров строились кластеры с линейной и компактной конфигурацией. Расчеты показали, что энергия связи в основном состоянии всех элементарных кластеров  $\text{TMSi}_4, \text{TMSi}_8$  и  $\text{TMSi}_7$  закономерно увеличивается в ряду от Mn к Ni, т.е. по мере заполнения внешней 3d-оболочки переходного металла. Данный результат находится в согласии с результатами, полученными ранее теоретически в работах [1,2].  $E_b$  чувствительна к конфигурации атомов: компактные кластеры стабильнее линейных. Похожий результат получен Lounis S., et al [3], где объектом исследования были малые металлические кластеры.

При моделировании электронной структуры было установлено, что первые возбужденные состояния кластеров лежат на 0.95-1.1 эВ от основного, что делает возможным переход из основного в возбужденное состояние под действием излучения оптического диапазона. Так как кластеры могут находиться в состоянии с определенной спиновой поляризацией сколь угодно долгое время, то это делает возможным создание бистабильной запоминающей ячейки для записи и хранения информации.

1. Wu H., et al. Phys. Rev. B, V.72, N.14, Pp. 144425-144437 (2005).
2. Seo K., et al. NanoLetters, V.3, N5, Pp. 1145-1150 (2009).
3. Lounis S., et al. Phys. Rev. B, V. 75, N17, Pp. 174436-174444 (2007).

## СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ НИКЕЛЬ-МЕДЬ

Пугачев В.М.<sup>1</sup>, Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Васильева О.В.<sup>1,2</sup>, Додонов В.Г.<sup>1</sup>,  
Просвирина И.П.<sup>3</sup>, Карпушкина Ю.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Кемеровский государственный университет, Кемерово

<sup>2</sup> Институт углехимии и химического материаловедения СО РАН, Кемерово

<sup>3</sup> Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск  
vt@kemsu.ru

Рассматриваемые металлы и различные их композиции представляют интерес в качестве катализаторов, в электронной и электротехнической промышленности, в медицине. Согласно известным фазовым диаграммам, взаимная равновесная растворимость при не очень высоких температурах мала. Так, при температуре около 300 К для никеля она не превышает 10, а для меди 1 мол.%. Однако неравновесные твердые растворы легко получаются из расплавов при быстром охлаждении. Получение биметаллической системы Ni–Cu в виде наноразмерных порошков (НРП) должно обеспечить большее разнообразие свойств, обусловленное сочетанием двух факторов – состава и дисперсности, и расширяет возможности формирования материалов с различной степенью компактности.

В работе рассматривается синтез НРП методом совместного восстановления металлов гидразином из растворов солей [1-2]. Как и при кристаллизации из расплавов, несмотря на термодинамически малую совместимость, образуются твердые растворы практически любого состава. Особенность в том, что почти всегда это два твердых пересыщенных раствора. Восстанавливаясь (ввиду большего окислительно-восстановительного потенциала) в первую очередь, медь захватывает никель с превышением термодинамического предела и образует ядровую часть наноразмерного агрегата. Затем формируется оболочка из условно никелевой фазы, также обычно с превышением растворимости.

Причины превышения пределов растворимости – неравновесность и высокая скорость процесса формирования частиц металла, а также особые свойства наноразмерного состояния. Энергонасыщенность НРП можно характеризовать введением условных (повышенных) температур, полагая, что каждому размеру частиц на обычной диаграмме фазовых состояний соответствует определенная температура. Также и взаимная растворимость компонентов в малой частице может соответствовать растворимости при более высоких температурах. С особенностями диффузионных процессов в наногетерогенных системах связывается

образование двух обособленных твердых растворов вместо их непрерывного спектра (вследствие изменения состава реакционной среды в процессе восстановления).

Фазовый состав получаемых НРП можно регулировать, изменяя условия синтеза (состав реакционной среды, порядок смешения реагентов), а также последующим нагреванием. В зависимости от температуры и времени обработки можно получать материалы с уменьшенным количеством одной из фаз, вплоть до монофазных однородных твердых растворов, достигая нужной степени компактности.

В работе с вышеперечисленных позиций рассмотрены особенности фазового состава получаемых НРП Ni-Cu, морфология частиц, предложена экспериментально обоснованная схема синтеза, учитывающая основные стадии, рассмотрен химический состав поверхности частиц и термостимулируемые реакции. Используются методы рентгеновской дифрактометрии (РФА, РСА, МУРР) и рентгеновской спектроскопии, растровая электронная микроскопия, дериватомасс-спектроскопия, рентгенофотоэлектронная спектроскопия (с аргонным травлением поверхности).

1. В.М. Пугачев, В.Г. Додонов, Ю.А. Захаров, Р.П. Колмыков, О.В. Васильева, Ю.В. Шипкова // Фазовый состав и некоторые свойства наноразмерных порошков Ni-Co и Ni-Cu. Перспективные материалы, 2011. – № 11. – С. 156-163.

2. Пугачев, В.М. Получение нанокристаллических порошков системы никель–медь / В. М. Пугачев, В. Г. Додонов, О. В. Васильева, Ю. В. Карпушкина, Ю. А. Захаров // Вестник КемГУ, 2012. – № 4. – Т. 2. – С. 169-175.

## **СИНТЕЗ ГИДРОЗОЛЕЙ ДИОКСИДА ТИТАНА УЛЬТРАЗВУКОВЫМ МЕТОДОМ**

Содержинова М.М., Тарасова Д.В., Чибирова Ф.Х.

*Научно-исследовательский физико-химический институт*

*им. Л.Я.Карпова, Москва*

*Soderginova@rambler.ru*

Золи диоксида титана, широко применяемые для синтеза фотокатализаторов, керамических мембран, газовых сенсоров и т.д, как правило, синтезируют методом пептизации растворами кислот при повышенных температурах. Получаемые при этом золи в основном

содержат агрегаты кристаллических частиц  $\text{TiO}_2$  анатазной модификации.

В настоящем докладе приведены результаты исследования влияния ультразвуковой (УЗ) обработки гидрогеля  $\text{TiO}_2$  и его водных суспензий на свойства получаемых золей: pH среды, оптическую плотность, размер и форму частиц, а также размер агрегатов. Гидрогели  $\text{TiO}_2$  (влажность 96,8-9,6,0 мас.%) осаждали из солянокислого раствора  $\text{TiCl}_4$  водным раствором аммиака с последующей промывкой. УЗ обработку осуществляли с помощью УЗ генератора МОД МЭФ 314 (рабочая частота 22 кГц, мощность 600 Вт, титановый волновод) в течение 10 минут при температуре не выше  $45^{\circ}\text{C}$ .

УЗ обработкой водных суспензий гидрогеля и гидрогеля с последующим разбавлением дистиллированной водой получены 0,0021-0,44 М золи  $\text{TiO}_2$  (pH среды около 7). Независимо от способа синтеза золи с концентрацией до 0,01 М опалесцируют, при дальнейшем повышении концентрации – становятся мутными. С увеличением концентрации золя оптическая плотность возрастает. Методом просвечивающей электронной микроскопии в гидрогеле и полученных золях наблюдаются сферические первичные аморфные частицы диоксида титана размером около 5 нм. Отсутствие кристаллических модификаций в золях обусловлено малой продолжительностью УЗ обработки. Методом динамического рассеяния света как в исходных гидрогелях, так и в золях наблюдаются агрегаты аморфных частиц. По сравнению с размерами агрегатов в гидрогелях (70-90 нм) размеры агрегатов в золях имеют существенно меньшие значения (22-51 нм), что свидетельствует о разрушении в процессе УЗ обработки крупных агрегатов гидрогеля с образованием агрегатов меньшего размера. При УЗ обработке происходит не только разрушение крупных агрегатов, но и разрыхление образующихся агрегатов, что приводит к их распаду при разбавлении. Так, при разбавлении дистиллированной водой 0,44 М золя в 4-100 раз водой размеры агрегатов снижаются от 51 нм до 25-35 нм.

Аморфные частицы в золях сохраняются при комнатной температуре в течение 3-4 недель, после чего начинают кристаллизоваться в структуре анатаза. Другим вариантом УЗ синтеза золя, содержащего частицы анатаза, является старение гидрогеля в условиях образования анатаза с последующей УЗ обработкой.

Таким образом, УЗ методом синтезированы гидрозоли диоксида титана, обладающие нейтральной реакцией и содержащие аморфные или кристаллические наночастицы. Золи могут быть использованы для получения пленок и разного рода покрытий. Так, нами полученные золи

использованы для синтеза зольей титаната стронция, предназначенных для приготовления буферных слоев сверхпроводников 2 поколения.

## **ГИДРОФИЛИЗАЦИЯ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК СЕЛЕНИДА КАДМИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ КОЛЛОИДНЫМ МЕТОДОМ**

Спирин М.Г., Бричкин С.Б., Гак В.Ю.

*Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка  
max2004@icp.ac.ru*

Высокотемпературный коллоидный синтез является эффективным методом получения квантовых точек (КТ) халькогенидов кадмия, в частности, CdSe, с заданными спектрально-люминесцентными свойствами. Однако такие частицы стабилизированы гидрофобными органическими лигандами и нерастворимы в воде, тогда как для ряда практических применений, например, для био- и иммунохимии необходимы гидрофильные КТ. Один из способов гидрофилизации частиц заключается в создании вокруг гидрофобных КТ, стабилизированных органическими лигандами, второй водорастворимой оболочки из молекул поверхностно-активного вещества (ПАВ). Гидрофобный хвост последних встраивается между молекулами первичной лигандной оболочки, формируя устойчивую структуру, на внешней поверхности которой находятся полярные группы, обеспечивающие ей растворимость в воде. При таком способе гидрофилизации первичная оболочка и, соответственно, структура дефектов на поверхности КТ остается неизменной. В результате люминесцентные характеристики полученных водорастворимых частиц не должны существенно ухудшаться. Другим достоинством данного метода является образование достаточно тонкой вторичной оболочки. Это особенно важно для биомедицинских применений, так как при формировании толстой полимерной оболочки гидродинамический радиус частиц увеличивается, что затрудняет их проникновение через клеточные мембраны. Данная работа посвящена изучению особенностей получения гидрофильных КТ CdSe, синтезированных высокотемпературным коллоидным методом, с применением катионного (цетилтриметиламмоний бромистого) и анионного (додецилсульфата натрия) ПАВ. Оказалось, что при создании вторичной оболочки из молекул ПАВ квантовый выход люминесценции частиц в ряде случаев увеличивается в несколько раз. При этом было установлено, что для больших КТ (4,5-5 нм) квантовый выход люминесценции возрастает

сильнее, чем для частиц меньшего размера (3,5-4 нм). Это связано с тем, что по сравнению с большими КТ, маленькие еще в исходном гидрофобном состоянии обладают более интенсивной люминесценцией, так как имеют на своей поверхности меньшее количество дефектов, которые могли бы служить центрами безызлучательной рекомбинации. В процессе гидрофилизации молекулы воды, кислорода воздуха или  $\text{OH}^-$  ионы взаимодействуют с поверхностными атомами КТ, в результате чего продукты гидролиза  $\text{CdSe}$  блокируют центры безызлучательной рекомбинации, и интенсивность люминесценции КТ увеличивается. Важным фактором, влияющим на люминесцентные свойства КТ, является природа бифункциональных молекул, формирующих гидрофильную оболочку. Выбором ПАВ можно управлять зарядом оболочки КТ. В оптимальных условиях гидрофилизации были получены стабильные водорастворимые КТ с высоким квантовым выходом люминесценции.

*Работа выполнена при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН №24 «Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов».*

## **РАСЧЕТ СТРУКТУРЫ КЛАСТЕРОВ АЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ ФУНКЦИОНАЛА ПЛОТНОСТИ**

Сулейменов Т., Бектурганов Н.С., Ниязова Р.С., Сантеева С.А.

*ЕНУ им. Л.Н. Гумилева, г. Астана, Республика Казахстан,  
suleymenov.t@yandex.ru*

Вычисленные методом функционала плотности потенциалы взаимодействия и геометрические образы кластеров алюминия представлены на рисунках 1 и 2-10 соответственно.

В большинстве работ подтверждается существование ближнего порядка на основе кристаллической ГЦК-структуры при температурах, превышающих точку плавления на 300 и до 700°C. Однако в многих исследованиях указывается возможность перестройки ближнего порядка жидкого алюминия (из-за перехода ГЦК-упаковки в ОЦК) вследствие изменения при высоких температурах строения внешней электронной оболочки ионов  $\text{Al}^{2+}$ . Примечательно то, что дальние ветви потенциала межатомного взаимодействия не пересекают положительную ось. Представленные результаты показывают, что кластеры алюминия являются замкнутыми.

На рисунках 2-10 представлены геометрические образы кластеров алюминия.

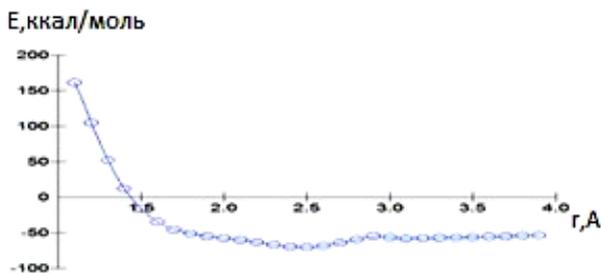


Рисунок 1 – Потенциалы взаимодействия атомов расплава алюминия



Рисунок 2 – Геометрический образ кластера  $Al_2$



Рисунок 3 – Геометрический образ кластера  $Al_3$



Рисунок 4 – Геометрический образ кластера  $Al_4$



Рисунок 5– Геометрический образ кластера  $Al_5$



Рисунок 6– Геометрический образ кластера  $Al_6$



Рисунок 7– Геометрический образ кластера  $Al_7$



Рисунок 8 – Геометрический образ кластера  $Al_8$



Рисунок 9 – Геометрический образ кластера  $Al_9$



Рисунок 10– Геометрический образ кластера  $Al_{10}$

**СТРОЕНИЕ И СВОЙСТВА ГЕТЕРОСТРУКТУРНЫХ  
НАНОПОРОШКОВ ПОЛИТИТАНАТА КАЛИЯ  
МОДИФИЦИРОВАННЫХ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ СОЛЕЙ  
ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ**

Третьяченко Е.В., Гороховский А.В., Гоффман В.Г., Косарев А.В.,  
Юрков Г.Ю.

*Саратовский государственный технический университет им.  
Гагарина Ю.А., Саратов  
trev07@rambler.ru*

Проведен синтез новых гетероструктурных наноматериалов на основе полититанатов калия аморфного полититаната калия (ПТК), имеющего слоистую структуру. Отмечено, что главной особенностью таких композитов, получаемых химической модификацией ПТК водными растворами солей переходных металлов при регулируемом значении pH, является наличие уникального состава и свойств полученного продукта.

Сравнение рентгеновских дифрактограмм порошков базового и протонированного полититанатов калия показали, что в процессе протонирования в структуре аморфного полититаната калия формируются более упорядоченные участки, о чем свидетельствует появление более узких дифракционных пиков. Взаимодействие полититанатов калия с растворами солей переходных металлов сопровождается параллельным протеканием ионного обмена ( $nK^+ \leftrightarrow Me^{n+}$ ), а также формированием квазиаморфных наночастиц  $MeO/Me(OH)_2/MeOON$  поверхности наночастиц ПТК. Преимущественное протекание одного из этих процессов определяется значением pH полученной водной дисперсии; при  $pH > 7-7,5$  превалирует формирование гидроксидов металла, при  $pH < 4-5,5$  — преобладает интеркаляция ионов металла в структуру ПТК, а интервале промежуточных значений pH — одновременно протекают оба процесса; кроме того, в этих условиях образуются также гидроксо-катионы соответствующего металла  $MeOH^{(n-1)+}$  ( $n$  – валентность металла), также участвующие в адсорбции и катионном обмене с частицами ПТК. Таким образом, варьируя значение pH в процессе обработки полититаната калия раствором соли переходного металла, можно получать одно- и двухфазные материалы-прекурсоры.

Результаты измерения удельной площади поверхности исследуемых наноматериалов методом БЭТ показали, что благодаря протонированию удельная поверхность ПТК увеличивается более чем в 30 раз за счет замены ионов  $K^+$  на  $H_3O^+$ , интеркаляции молекул воды в межслойное пространство частиц ПТК и их частичной эксфолиации. При этом, при

модифицировании порошков ПТК и ПТКП в растворах солей переходных металлов удельная поверхность несколько уменьшается.

Фотокаталитическая активность полученных образцов модифицированных ПТК в ультрафиолетовой и видимой области спектра исследована на примере разложения метиленового синего (МС). Отмечено, что базовый полтитанат калия обладает относительно невысокой сорбционной способностью. Увеличение степени протонирования ПТК (снижение содержания  $K_2O$ ) приводит к резкому увеличению сорбционной активности, о чем свидетельствует практически полное обесцвечивание раствора метиленового синего с концентрацией 40 мг/л в течение первого часа взаимодействия с модифицированным ПТКП в темноте. Таким образом, образцы фотокатализатора на основе ПТКП обесцвечивают растворы МС в основном за счет адсорбции, что затрудняет оценку их фотокаталитической активности. В то же время, образцы на основе базового ПТК комбинируют адсорбцию и фотокаталитический процесс.

В процессе модификации в растворах солей переходных металлов, как базовый, так и протонированный ПТК, являющиеся полупроводниками с шириной запрещенной зоны, изменяющейся в пределах от 3,1 до 3,4 эВ, трансформируются в гетероструктурные частицы, представляющие собой слоистые частицы ПТК частично интеркалированные ионами  $Me^{+}$  и декорированные наночастицами аморфного оксида/гидроксида металла. Подобная модификация структуры приводит к изменению ширины запрещенной зоны и увеличению фотокаталитической активности под действием как видимого, так и УФ излучения за счет образованием на поверхности множественных полупроводниковых гетеропереходов.

**ВЛИЯНИЕ ДЛИНЫ ЗАКРЫТОЙ ОДНОСТЕННОЙ УГЛЕРОДНОЙ  
НАНОТРУБКИ (5,5) НА ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ ЗАЗОР МЕЖДУ  
НИЗШЕЙ СВОБОДНОЙ И ВЫСШЕЙ ЗАНЯТОЙ  
МОЛЕКУЛЯРНЫМИ ОРБИТАЛЯМИ**

**Тучин А.В.,** Битюцкая Л.А., Бормонтов Е.Н.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
me144@phys.vsu.ru, a.tuchin@bk.ru*

Миниатюризация устройств наноэлектроники и молекулярной электроники требует, чтобы размеры активных элементов находились в нанометровом диапазоне. Уменьшение длины ОУНТ должно привести к качественным изменениям в их электронной структуре – возникновению дискретных уровней в энергетическом спектре. Переход от нанонитей к

квантовым точкам мало изучен и является интересной фундаментальной и практической задачей. Rochefort et. al в работе [1] исследовали электронную структуру ограниченной по длине кресельной открытой ОУНТ (6,6) методами Хартри-Фока, DFT, MNDO-PM3 и расширенной моделью Хюккеля. Авторами [1] было показано, что дополнительное ограничение электронов вдоль оси открытой кресельной ОУНТ приводит к возникновению ненулевой запрещенной зоны  $E_g$ , несмотря на то, что для неограниченных кресельных ОУНТ  $E_g=0$ . Wang et. al [2] и Cioslowski et. al [3] показали осциллирующую зависимость запрещенной зоны  $E_g$  от длины закрытой ОУНТ (5,5). Из-за ограничений возможностей использованных методов в указанных работах исследовались короткие трубки (число атомов  $\sim 200$ ). Исследование более длинных ОУНТ предполагает использование полуэмпирических методов расчетов, например AM1, PM3. Целью данной работы является исследование методом AM1 электронной структуры ограниченной по длине закрытой ОУНТ (5,5) с числом атомов от 60 до 500.

Расчетные структуры строились последовательным добавлением колец атомов углерода между шапками нанотрубок. Для оптимизированных структур рассчитывались энергия связи, потенциал ионизации, сродство к электрону, энергетический зазор между НСМО и ВЗМО. В данной работе используется корректировка расчетов потенциала ионизации и электронного сродства, предложенная в [3] на основании усредненных экспериментальных значений.

Из результатов расчетов следует, что в ограниченных по длине закрытых кресельных ОУНТ (5,5) происходят осцилляции энергетического зазора  $E_{НСМО-ВЗМО}$  между низшей свободной (НСМО) и высшей занятой молекулярными орбиталями (ВЗМО) от длины. Очень короткие ОУНТ ( $n=70\dots 280$ ) можно разделить на три группы с числом колец кратным  $(3m-1)$ ,  $3m$  и  $(3m+1)$ , где  $m=0, 1, 2\dots$ . Введенные группы ОУНТ имеют соответственно минимальное, среднее и максимальное значение  $E_{НСМО-ВЗМО}$ . Данный результат согласуется с расчетами ограниченных по длине открытых кресельных нанотрубок [1]. В интервале  $n=290\dots 350$  положения минимумов  $E_{НСМО-ВЗМО}$  смещаются от  $(3m-1)$  к  $3m$  группе. В интервале  $n=360\dots 450$  минимальным  $E_{НСМО-ВЗМО}$  обладают ОУНТ группы  $(3m+1)$ , максимальным -  $(3m-1)$ . Для более длинных трубок минимальным  $E_{НСМО-ВЗМО}$  обладают ОУНТ  $3m$  группы.

Ограничение по длине закрытой кресельной ОУНТ (5,5) приводит к появлению ненулевой запрещенной зоны. Из рассмотрения полученных результатов и литературных данных [1-3] следует, что ограниченные кресельные ОУНТ, независимо от ориентации шапок и их наличия проявляют осциллирующую зависимость потенциала ионизации,

энергетического зазора  $E_{\text{НСМО-ВЗМО}}$ . Механизм осцилляций может быть понят из рассмотрения распределения электронной плотности ВЗМО и НСМО ОУНТ в зависимости от числа атомов. Однозначно определить длину ОУНТ при которой происходит переход в состояние с металлической проводимостью достаточно сложно.

1. Rochefort A. Salagub D. R., Avouris P. // J. Phys. Chem. B, 103, N4, 641-646 (1999).
2. Wang B.C. Wang H.W., Lin I.C., et.al // J. of the Ch. Chem. Soc, 50, 939-945 (2003).
3. Cioslowski J. Niny R. and Moncrief D. // J. Am. Chem. Soc, 124, 8485-8489 (2002)

**ВАКАНСИОННАЯ ПРИРОДА ЛОКАЛИЗОВАННЫХ СОСТОЯНИЙ В ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЕ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ  $\text{SnO}_2$ , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГАЗОТРАНСПОРТНОГО СИНТЕЗА**

Чувенкова О.А.<sup>1</sup>, Домашевская Э.П.<sup>1</sup>, Рябцев С.В.<sup>1</sup>, Юраков Ю.А.<sup>1</sup>, Попов А.Е.<sup>1</sup>, Высоцкий Д.В.<sup>1</sup>, Овсянников Р.<sup>2</sup>, Турищев С.Ю.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Синхротрон BESSY II Гельмгольц Центра Берлин, Берлин, Германия  
*chuvenkova@phys.vsu.ru*

Нитевидные кристаллы (НК)  $\text{SnO}_2$  отличаются повышенной чувствительностью к газам. Применение поверхностно чувствительных методов характеристики атомного и электронного строения НК имеет особую эффективность при исследовании НК субмикронных и нанометровых сечений ввиду существенно большего вклада поверхности по отношению к объему этих объектов.

НК  $\text{SnO}_2$  субмикронных и нанометровых сечений были получены с использованием метода газотранспортного синтеза. Для характеристики атомного и электронного строения образцов применялись методы чувствительные к локальному окружению атомов олова и кислорода XANES (X-ray absorption near edge structure - ближняя тонкая структура края рентгеновского поглощения) и XPS (X-ray photoelectron spectroscopy - рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия) в ультрамягкой рентгеновской области спектра с использованием синхротронного излучения накопительного кольца BESSY II (Германия). Метод XANES позволяет получить информацию о распределении локальной парциальной плотности свободных электронных состояний в зоне проводимости поверхностного слоя исследуемого материала. Метод XPS

позволяет получить данные об энергиях связи остовных и субвалентных уровней и эффективных зарядовых состояниях атомов в поверхностных нанослоях исследуемых объектов. В случае метода XPS глубина анализа при энергиях квантов синхротронного излучения  $h\nu \sim 800$  эВ составляла  $\sim 1$  нм. В случае метода XANES глубина информативного слоя увеличивается до  $\sim 10$  нм.

Для проведение in-situ модификации образцов использовалась специально разработанная камера с давлением  $\sim 10^{-10}$  Торр, как и в подготовительных и аналитической камере спектрометра HiRes Российско-Германского канала вывода синхротронного излучения оборудованного анализатором энергий фотоэлектронов SPECS Phoibos 150. Во всех проведенных экспериментах аппаратурное уширение составляло порядка 0.1 эВ.

Путем проведения последовательных in-situ отжигов (до 400°C) в электронной структуре НК методом XANES зафиксированы локализованные состояния дефектов решетки в запрещенной зоне на расстоянии  $\sim 2.6$  эВ от дна зоны проводимости, соответствующего главному краю поглощения Sn  $M_{4,5}$  ( $\sim 490$  эВ). Кроме того, нами впервые зарегистрирован  $M_{4,5}$  край поглощения металлического олова, после in-situ механического удаления естественного поверхностного оксида, сдвинутый на  $\sim 5$  эВ в низкоэнергетическую область по отношению к главным краям поглощения оксидов олова.

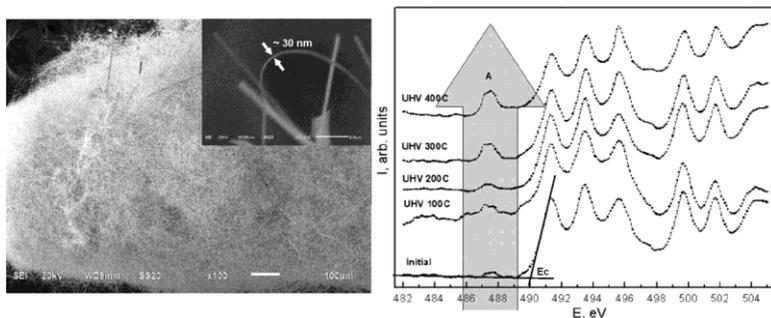


Рисунок. Слева: РЭМ изображения массива НК и отдельной нити. Справа: Sn  $M_{4,5}$  XANES исходных НК (initial) и отожженных при различных температурах в сверхвысоком вакууме (UHV). Показан рост интенсивности пика "А" локализованных состояний.

Одновременно измеренные спектры XPS Sn 3d и O 1s показывают, что поверхность синтезированных НК  $SnO_2$  покрыта нанослоем естественного нестехиометрического оксида  $SnO_{2-x}$ , толщиной  $\sim 1$  нм.

*Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ № 12-02-31617.*

**ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА СКОРОСТЬ ОКИСЛЕНИЯ МАССИВНОГО ОБРАЗЦА ЦИНКА СУБ- И СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ВОДОЙ И РОСТ НАНОЧАСТИЦ ZnO**

Шишкин А.В., Дубов Д.Ю., Сокол М.Я., Федяева О.Н., Востриков А.А.

*Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, Новосибирск  
andrshi@itp.nsc.ru*

Ранее [1,2] нами обнаружено образование наночастиц ZnO при окислении массивных образцов цинка суб- и сверхкритической водой ( $T_c = 647$  К,  $P_c = 22,1$  МПа). Исследована кинетика окисления и предложен кластерный механизм образования наночастиц ZnO [1]. Окислению способствовала, в частности, ориентация полярных молекул H<sub>2</sub>O кислородом к металлу в поле контактной разности электрического потенциала вдоль границы металл/оксид [3]. В зависимости от условий окисления (температура, давление) было обнаружено изменение морфологии наночастиц ZnO [2]. Влияние постоянного электрического поля на морфологию наноразмерных структур ZnO на поверхности кремниевой подложки ранее обнаружено в [4] при термическом распаде (357–363 К) Zn(OH)<sub>2</sub>.

В настоящем докладе обсуждаются результаты экспериментального исследования влияния постоянного электрического поля на кинетические параметры окисления цинка суб- и сверхкритической водой и морфологию нанокристаллов ZnO в зависимости от температуры, давления и напряженности электрического поля.

В экспериментах образцы цинка использовались в качестве одной из пластин плоского электрического конденсатора, расположенного в электрически изолированном металлическом реакторе. Конденсатор изолирован от стенок реактора с помощью кварцевых пластин. Пространственное распределение напряженности электрического поля около образца Zn рассчитывали в программном комплексе ANSYS. Скорость окисления определяли по росту давления в системе. Рост давления вызван образованием H<sub>2</sub> при окислении цинка водой и неидеальностью взаимодействия в системе H<sub>2</sub>O–H<sub>2</sub> [5]. Морфология и направление роста нанокристаллов ZnO исследовали с помощью сканирующего и просвечивающего электронных микроскопов.

*Авторы выражают благодарность С.И. Радько и А.А. Мелешко (НГТУ) за проведение расчетов в ПК ANSYS.*

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 13-08-00119, 11-05-01071).*

1. Vostrikov A.A., Fedyaeva O.N., Shishkin A.V., Sokol M.Ya. // *J. Supercrit. Fluids*. 2009. V.48. P.154–160.
2. Vostrikov A.A., Fedyaeva O.N., Shishkin A.V., Sokol M.Ya. // *J. Supercrit. Fluids*. 2009. V.48. P.161–166.
3. Vostrikov A.A., Fedyaeva O.N. // *J. Supercrit. Fluids*. 2010. V.55. P.307–315.
4. Wang D., Meng X.Q., Chen Z.Q., Fu Q. // *Physica E*. 2008. V. 40. No. 4. P.852–858.
5. Seward T.M., Frank E.U. // *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.* 1981. V. 85. P. 2–7.

# СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

## СТРУКТУРНО-МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ НАНОПОРОШКОВ ИЗ СФЕР $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$

Безкровный А.С., Ермолаева Ю.В., Вовк О.М., Толмачев А.В.

*Институт монокристаллов НАН Украины, Харьков, Украина  
bezкровny@isc.kharkov.ua*

Одной из практических задач современного материаловедения является получение и исследование нанопорошков из сфер твердых растворов тугоплавких оксидов. Среди них отдельную нишу наноматериалов занимают нанопорошки оксидов редкоземельных элементов (ОРЗЭ) с контролируемой сферической формой частиц. Учитывая особенности структурно-морфологических параметров нанопорошков из сфер, актуальной является проблема их структурно-морфологического дизайна для управления их функциональными свойствами. Принимая во внимание влияния избытка поверхностной энергии и большой кривизны поверхности на процессы фазообразования и кристаллизации, актуальной задачей является установление условий эффективного свечения активатора в сферах ОРЗМ для каждого типоразмера в интервале от 70 до 280 нм. Решение этой задачи заключается в установлении компромиссных режимов термолиза и кристаллизации аморфного полупродукта сфер для минимизации эффектов диффузионной активности активатора, а также выбора оптимальной концентрации активатора для устранения эффектов тушения люминесценции, что и было продемонстрировано в настоящей работе на примере сфер кристаллофосфора  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$  ( $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  переход).

Поликристаллические неагломерированные нанопорошки из монодисперсных сфер  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$  получали методом низкотемпературного термолиза аморфного прекурсора. Показано, что введение фазо- и структурообразующих катионов активатора  $Eu^{3+}$  ( $x=0,01-0,1$ ) на стадии получения аморфного прекурсора приводит к снижению конечного диаметра сфер, что обусловлено изменением кинетики реакции образования и роста частиц в соответствии с известными механизмами роста. Найдены оптимальные температурно-временные условия получения сфер с максимальной интенсивностью люминесценции без потери морфологической устойчивости сферической формы индивидуальных частиц. Установлено, что сферическая форма частиц сохраняется вплоть до температуры отжига  $800^\circ C$  и времени отжига не более 2 часов. Дальнейшее увеличение температуры и времени отжига приводит к спеканию частиц. Исследовано влияние диаметра частиц на порог концентрационного тушения. Установлено, что в сферах ( $D=70-280$  нм)

порог концентрационного тушения люминесценции смещен в область меньших концентраций европия ( $x=0,02$  и  $0,05$  для  $70$  и  $280$  нм сфер соответственно) в сравнении с микропорошками аналогичного состава ( $x=0,1$ ), что может быть связано с доминирующей диффузионной активностью активатора в сферах к поверхности с образованием фазы твердого раствора переменного стехиометрического состава  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$ .

## **МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОЧАСТИЦЫ ГЛИНЫ. СИЛИЦИУМИН – ПРИРОДНЫЙ БИОСОВМЕСТИМЫЙ ПОЛИМЕР**

Буряченко С.В., Пуляев С.А., Мельник В.В.

*Харьковский национальный университет*

*им. В. Н. Каразина, Харьков, Украина*

*semenb837@gmail.com*

Изучая химические, физические и биологические свойства глин мы получили много данных относительно влияния ее молекул на живые эукариотические и прокариотические клетки организмов. Большой интерес представляют такие ее свойства как тропность, адсорбция, радиотензивность, демпфирующие, магнетизм, антибактериальные, химическая инертность. Для увеличения лечебных и биологически активных свойств молекул глин, что приводит к повышению активности хемокинных ко – рецепторов CCR5 и CXCR4 клетки [1]. Мы решили увеличить тропность и сбалансировать химический состав и свойства молекул создав природный экологически чистый биосовместимый с клетками нанополимер – силициумин.

Силициумин – многофункциональные наночастицы глины. Химический состав мы привели к уровню состава плазмы крови уравнивая анионный и катионный состав. Основные электролиты плазмы (в среднем, в миллиграмм - %): Na – 280 – 350, L – 18 – 20, Ca – 9 – 11, Mg – 1 – 3, Cl – 320 - 360,  $HCO_3$  – 160,  $SO_4$  – 22,  $HPO_4$  – 10, йод – 0,002-0,013 мг %. Бром – 0,5-1,5 мг %, железо (в соединении с белками) – 50-60 мг % [2]. Выровнялся ионный коэффициент. Содержание катионов и анионов в плазме и сохранение определенного соотношения между ними (ионный коэффициент) имеет значение для нормальной деятельности всех органов и тканей и в первую очередь для сохранности и нормального функционирования форменных элементов крови. Особенное значение имеет соотношение ионов натрия, калия и кальция. С помощью разработанного нами способа выделили молекулы кремния. Далее к полученной субстанции с помощью золь – гель метода присоединили молекулы серы и азота. Потом молекулы были покрыты фоллиевой кислотой. В результате нами были получены частицы дисперсной фазы

размером  $10^{-7} - 10^{-9}$  м. Коллоидная система характеризуется молекулярно-ионно- дисперсной системой. Выделили частицы и очистили через бактериальные фильтры дисперсным методом в соотношении 1 : 5 в растворе. Частицы обладают положительным зарядом. Поглотительная способность стала составлять  $25 \cdot 10^{-2}$  г/моль катионов и  $12 \cdot 10^{-2}$  г/моль анионов. Размеры от 0, 064 нм. Энергия ионизации молекулы 12, 2 экв. Наличие изоморфных замещений, огромная удельная поверхность (до 600—800 м<sup>2</sup>/г) и лёгкость проникновения ионов в межпакетное пространство обуславливает значительную ёмкость катионного обмена (80—150 ммоль экв/100 г). Чрезвычайно важным моментом при взаимодействии частиц глинистых минералов с водой является формирование вокруг их поверхности двойного электрического слоя (ДЭС) [1, 2, 3]. Внутренняя часть ДЭС образована отрицательно заряженной поверхностью глинистой частицы, а внешняя состоит из адсорбционного и диффузного слоев гидратированных катионов. Структура ДЭС во многом зависит от рН и концентрации солей раствора, в котором он формируется. Из-за кристаллохимических особенностей строения глинистых минералов при изменении рН раствора наблюдается перезарядка торцевых участков глинистых частиц. Подобный эффект связан с амфотерными свойствами бокового скола октаэдрической сетки, который ведет себя подобно гидроксиду алюминия. В кислой среде скол октаэдрической сетки диссоциирует по щелочному типу: в щелочной среде скол диссоциирует по кислому типу:  $\text{Al}(\text{OH})_3 = \text{Al}(\text{OH})_2\text{O}^- + \text{H}^+$ . В результате этого процесса боковой скол глинистой частицы в кислой и нейтральной средах заряжается положительно, а в щелочной - отрицательно. Изменение заряда на торцевых участках глинистых частиц приводит к формированию в щелочных условиях одноименно заряженных, а в кислых и нейтральных знакопеременных ДЭС. Толщина диффузного слоя зависит от состава и концентрации солей в водном растворе, окружающем частицы глинистых минералов. Она максимальна при отсутствии солей и резко сокращается по мере увеличения их концентрации. Подобное поведение ДЭС в различных физико-химических условиях является одним из главных факторов, регулирующих процессы структурообразования в глинистых осадках, и оно оказывает сильное влияние на формирование свойств глинистых пород в ходе их геологического развития. За счет получения мембранно – проницаемых чатиц с ионными свойствами несущие неизменные ДЭС заряд с неподверженными конформациями молекулами кремния, радия, кислорода, серы и водорода. Силициумин обладает высокой тропностью, биосовместимостью, энергией ионизации, поглотительной способностью,

гидрофильностью, легко функционелизуется антителами, протенами, высокой адсорбцией микотоксинов.

1. Фрумкин А. Н., Багоцкий В.С., Иофа З. А., Кабанов Б. Н., Кинетика электродных процессов, М., 1952;
2. Парсонс Р., Равновесные свойства заряженных межфазных границ, в кн.: Некоторые проблемы современной электрохимии, пер. с англ., М., 1958;
3. Делахе и П., Двойной слой и кинетика электродных процессов, пер. с англ., М., 1967.

### **ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ НАНОЧАСТИЦ $\text{FeGa}_2\text{O}_4$ МЕТОДОМ МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

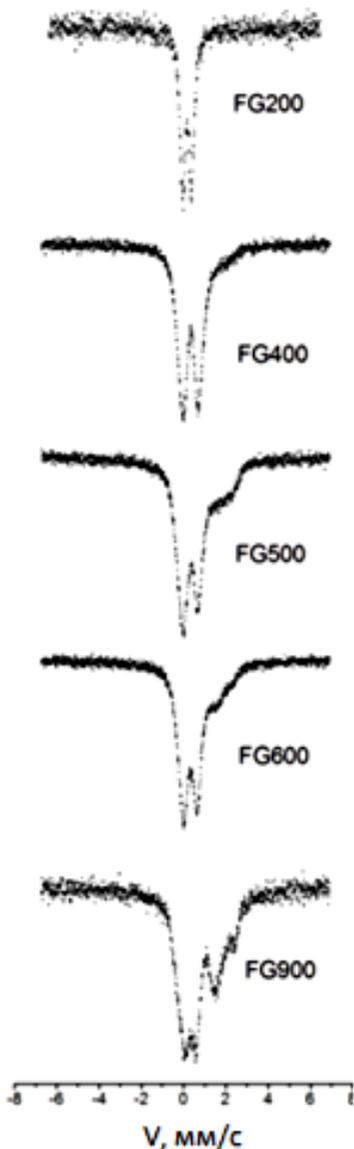
Гервиц Н.Е.<sup>1</sup>, Любутин И.С.<sup>1</sup>, Гиппиус А.А.<sup>1,2</sup>, Chun-Rong Lin<sup>3</sup>,  
Коротков Н.Ю.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва*

<sup>3</sup>*Department of Applied Physics, National Pingtung University of Education,  
Pingtung County, Taiwan  
ngervits@gmail.com*

Магнитооптические явления в веществах представляют огромный интерес с точки зрения их прикладного использования. Варьирование магнитного поля позволяет создавать или изменять анизотропию в материалах, что, в свою очередь, ведет к изменению оптических свойств. Таким образом, с помощью воздействия магнитным полем на материал, обладающий магнитооптическими свойствами, мы получаем возможность с помощью поляризации не только визуализировать магнитные потоки, но и регулировать интенсивность и спектр проходящих через материал электромагнитных волн. Наночастицы, находящиеся в суперпарамагнитном состоянии, являются перспективным объектом для изучения с точки зрения магнитооптики в силу их магнитных свойств и возможности их варьировать: меняя размер наночастиц на этапе синтеза можно добиться нужных оптических и магнитных свойств.



Николаев, А.М. Шипилин, И.Н. Захарова, Физика твердого тела, 2001, том 43, вып. 8

Нами была исследована серия образцов  $\text{FeGa}_2\text{O}_4$ , полученных при температурах отжига от 200 до 900 С. Температура отжига влияет на размеры наночастиц, и, соответственно, на их магнитные свойства.

Качество образцов оказалось хорошим и спектры не противоречат спектрам, полученным на объемном образце [1].

Как мы видим, при повышении температуры синтеза помимо парамагнитного дублета, соответствующего наночастицам, находящимся при температуре много выше их температуры блокирования, появляются два секстета, свидетельствующие о наличии ядер железа в магнитном состоянии. Предположительно, эти секстеты появляются в спектре из-за появления в процессе синтеза побочного продукта: наночастиц другого размера или состава, возможно, оксидов железа[2].

*Работа поддерживается Программой Президиума РАН "Нанотехнологии и наноматериалы", грант № 24.3.1.*

#### *Литература:*

- [1] «A magnetic study of  $\text{FeGa}_2\text{O}_4$ », J Ghose, G C Hallam and D A Read, 1977 J. Phys. C: Solid State Phys. 10 1051
- [2] «Об оценке размеров наночастиц с помощью эффекта Мессбауэра», В.И.

## ВЛИЯНИЕ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА НА ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АНСАМБЛЕЙ КРЕМНИЕВЫХ НАНОНИТЕЙ

Гончар К.А., Осминкина Л.А., Тимошенко В.Ю.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Физический факультет, Москва  
k.a.gonchar@gmail.com*

В настоящее время всё больший интерес у исследователей вызывают кремниевые нанонити. Это связано с их необычными структурными и оптическими свойствами, которые можно использовать в фотовольтаике для повышения КПД солнечных батарей, фотонике для создания новых светоизлучающих устройств, сенсорики и других областях физики.

Образцы представляли собой неупорядоченные структуры в виде совокупности кремниевых нитей, выращенных на кремниевой подложке методом химического травления, последовательно используя два раствора на основе  $\text{AgNO}_3/\text{HF}$  и  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{HF}$ . В первом растворе серебро наносилось на поверхность кремниевой пластины. Во втором растворе происходил процесс химического травления кремниевой пластины в местах, покрытых серебром. Для удаления серебра с образца использовалась концентрированная азотная кислота ( $\text{HNO}_3$ ). Согласно данным электронной микроскопии высота нитей составляла 1.5–2.5 мкм, а диаметр 20–200 нм. В обратно рассеянных электронах хорошо видно присутствие серебра на границе нити-подложка.

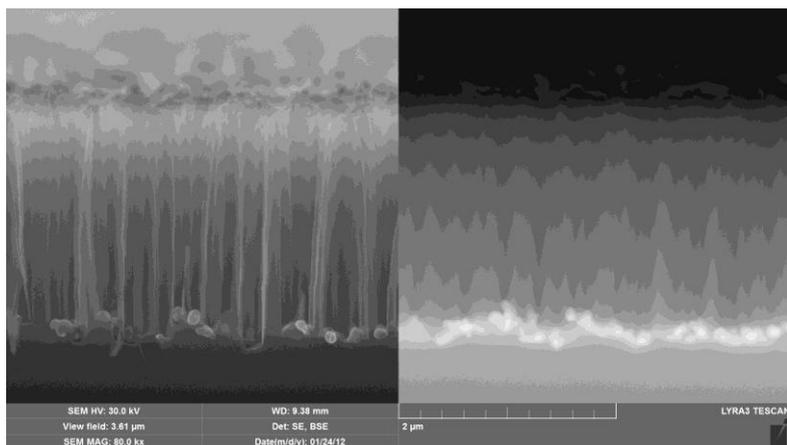


Рис. 1. Изображение в сканирующем электронном микроскопе бокового склоа образца кремниевых нанонитей без удаления серебра. Слева изображение от вторичных электронов. Справа изображение от обратно рассеянных электронов.

В работе исследовалось влияние наночастиц серебра на оптические свойства кремниевых нанонитей. Были сняты спектры пропускания и отражения в ближнем и среднем инфракрасном (ИК) диапазоне, спектры полного отражения в видимом и ближнем ИК диапазоне, а также спектры комбинационного рассеяния света. Также наблюдалась фотолуминесценция от кремниевых нанонитей в диапазоне 600-1000 нм, что говорит о присутствии нанокристаллов кремния с размером 2-4 нм на поверхности нитей.

## **ВОССТАНОВЛЕНИЕ СМЕШАННЫХ ГИДРОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА И КОБАЛЬТА ПРИ РАЗНЫХ УСЛОВИЯХ ИХ ФОРМИРОВАНИЯ**

Пугачев В.М.<sup>1</sup>, Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Зюзюкина Е.Н.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Кемеровский государственный университет, Кемерово

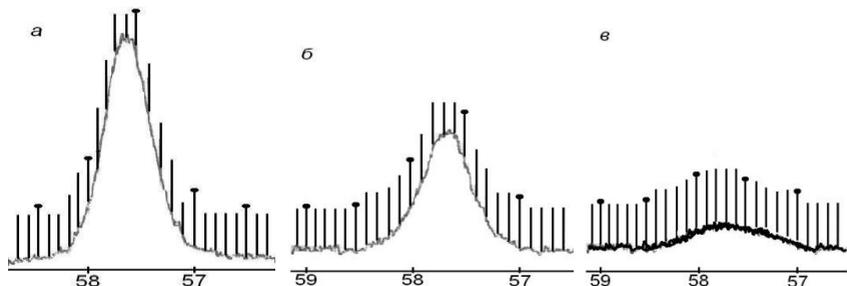
<sup>2</sup>Институт углехимии и химического материаловедения СО РАН, Кемерово  
zaharov@kemsu.ru

Работа входит в цикл исследований процессов получения многокомпонентных наноразмерных порошков (НПП) переходных металлов методом восстановления гидразином из водных растворов солей в щелочной среде [1], включая углубленное изучение стадийности (механизма) образования НПП.

Синтез НПП Fe–Co неизбежно протекает через стадию образования промежуточных продуктов – смешанных гидроксидов металлов (СГМ) состава  $[\text{Fe}, \text{Co}](\text{OH})_2$  с бруситоподобной структурой слоистого типа. Эти продукты регистрируются и изучаются рентгенографически (ДРОН–3, железное излучение) ex-situ, спустя некоторое время, требующееся на пробоподготовку. Непосредственно же в реакции восстановления до НПП участвуют свежесаженные СГМ, степень окристаллизованности и дисперсность которых могут быть иными. По мере изменения этих характеристик может меняться и реакционная способность СГМ при восстановлении.

Восстановление СГМ проводили при разных условиях: варьировали время формирования СГМ (от 2 с до 5 мин с момента добавления щелочи), время восстановления (5 и 10 с, а также стандартное 10 мин), а также использовали для осаждения как твердую щелочь (NaOH), так и ее раствор. Температура проведения реакции 80–90 °С. Образующийся металлический продукт – твердый раствор Fe–Co со структурой  $\alpha$ -Fe (ОЦК решетка). На скорости образования металла существенно сказывается как время созревания кристаллов СГМ (см. рисунок), так и форма щелочи, используемой для осаждения.

За 5 и 10 с СГМ, осаждаемые не твердой щелочью, а раствором, практически не успевают восстановиться, поскольку при относительно малой ее концентрации (в сравнении с использованием твердой щелочи) формируются более совершенные, более крупные, а потому и менее реакционно-способные кристаллы СГМ.



Дифракционный рефлекс 110 металлической ОЦК фазы. Время созревания СГМ 2 с, 5 с и 5 мин (а-б-с); время восстановления 5 с, щелочь твердая

По этой же причине мала скорость восстановления и в случае *в* на рисунке. В этих условиях (раствор щелочи) даже при 10 мин восстановления в продуктах реакции остается СГМ и его производные – относительно крупные кристаллы (частицы) СГМ, которые могут капсулироваться с поверхностью как образующимся металлическим продуктом, так и оксидными образованиями.

1. Захаров, Ю.А. Наноразмерные порошки системы железо-кобальт / Ю.А. Захаров, В.М. Пугачев, В.Г. Додонов, А.Н. Попова // Свиридовские чтения: сб. статей. – Минск: БГУ, 2010. – Вып. 6. – С. 24-32.

### ФОРМИРОВАНИЕ НАНОПОРОШКОВ $Y_{1-x}Zn_xFeO_3$ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

Кнурова М.В.<sup>1</sup>, Миттова И.Я.<sup>1</sup>, Демидова С.Ю.<sup>1</sup>, Солодухин Д.О.<sup>1</sup>,  
Миттова В.О.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

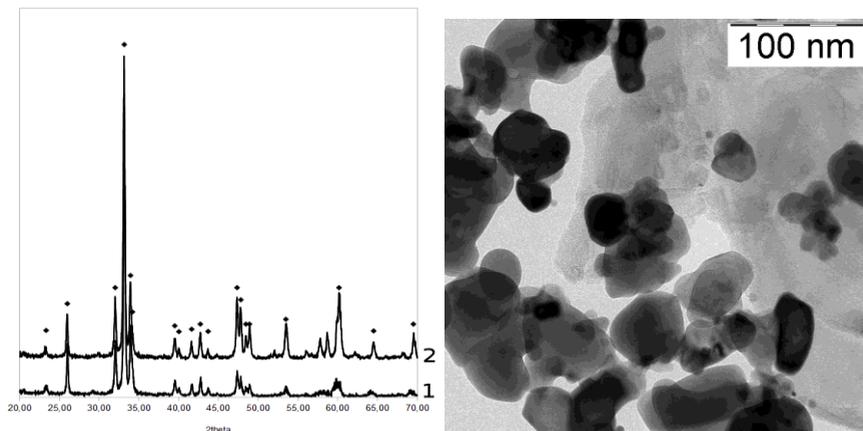
<sup>2</sup>Воронежская государственная медицинская академия

им. Н.Н. Бурденко, Воронеж

*solodukhin@chem.vsu.ru*

Введение двухзарядных ионов в структуру наноразмерных порошков ферритов с перовскитоподобной структурой влияет на магнитные

свойства материала. Синтез золь-гель методом позволяет получить высокодисперсные нанопорошки с высокой степенью гомогенности и допировать базовый состав ионами различных металлов. Золь-гель методом были сформированы нанопорошки ортоферрита иттрия  $Y_{1-x}Zn_xFeO_3$ .



Рентгеновские дифрактограммы нанопорошков  $Y_{1-x}Zn_xFeO_3$  (1 –  $Y_{0,95}Zn_{0,05}FeO_3$ , 2 –  $Y_{0,9}Zn_{0,1}FeO_3$ ) и изображение ПЭМ

Осаждение геля проводилось гидроксидом аммония до достижения  $pH = 9$ , при больших значениях  $pH$  осаждение ионов цинка неполно из-за амфотерного характера соединений цинка. Согласно данным рентгеновского фазового анализа (РФА, Thermo ARL X'TRA; см. рис.) образцы  $Y_{1-x}Zn_xFeO_3$  ( $x = 0,05; 0,1$ ) представляют собой однофазный продукт со структурой перовскита. Средний размер частиц, определенный по данным просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, Carl Zeiss LIBRA 120; см. рис.) составляет от 40 до 60 нм.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СИЛАНОЛЬНЫХ ГРУПП  
ПОВЕРХНОСТИ МЕЗОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ С РАЗЛИЧНОЙ  
СТРУКТУРНОЙ ОРГАНИЗАЦИЕЙ СИЛИКАТНЫХ КАНАЛОВ**

Лебедева И.И., Кондрашова Н.Б., Саенко Е.В., Тиунова Т.Г.,  
Вальцифер В.А.

*Институт технической химии УрО РАН, Пермь  
Kondrashova\_n\_b@mail.ru*

Свойства дисперсного кремнезема определяются его пористой структурой и химической активностью поверхности, которая зависит от концентрации ОН-групп - суммы всех силанолов, их отдельных разновидностей, температурного и энергетического распределения силанолов, а также от присутствия силоксановых Si-O-Si мостиков.

Целью работы явилось определение силанольного числа поверхности мезопористых силикатных материалов со структурой МСМ-48 и МСМ-41, полученных золь-гель методом в процессе жидкофазного темплатного синтеза, где в качестве источника кремния использовался тетраэтоксисилан (ТЕОС), в качестве темплата – цетилтриметиламмония бромид (СТАВ).

Исследование поверхности аморфных кремнезёмов проводили методами термогравиметрии, рентгенофазового анализа и КР спектроскопии. С помощью рентгенофазового анализа и КР спектроскопии показано, что аморфные стенки силикатных каналов можно рассматривать как набор микроучастков кварца, тридимита и кристобалита.

Концентрация ОН-групп определялась после обработки водной суспензии образцов кипячением в течение 1 часа.

По данным термогравиметрического анализа была определена концентрация поверхностных ОН-групп (силанольное число) в диапазоне 200-1100°C (после удаления адсорбированной воды (до 150°C)).

Расчёт мольного содержания ОН-групп ( $n_{OH}$ ) проводился по формуле:

$$n_{OH} = \frac{2(W_{t_0} - W_{t_{кон}})}{100 \cdot M_{H_2O}},$$

где  $(W_{t_0} - W_{t_{кон}})$  – потеря массы (%) в температурном интервале 200°C-1100°C,  $M_{H_2O}$  – молекулярная масса воды.

Число поверхностных ОН-групп на 1 нм<sup>2</sup> рассчитывали согласно

$$\text{уравнению: } N_{OH} = \frac{n_{OH} \cdot N_A \cdot 10^{-18}}{S_{BET}},$$

где  $n_{OH}$  – число молей ОН-групп, ммоль/г,  $N_A$  – число Авогадро,  $S_{BET}$  – удельная поверхность образца.

Силанольное число (С.Ч.) образцов мезопористого диоксида кремния находится в пределах – 2,37 – 4,8. Причём, в образцах с большей удельной поверхностью значение С.Ч. ниже (табл. 1). Это можно объяснить тем, что силанольные группы на микроучастках поверхности со структурой кристобалита необратимо сконденсированы в силосановые группы (Si-O-Si).

Таблица 1

Содержание силанольных групп на поверхности мезопористых кремнезёмов

№	Мезопористая структура	$S_{BET}$ , м <sup>2</sup> /г после активации	Содержание силанольных групп		
			$W(H_2O)$ , %	$n(H_2O)$ , моль/г	$N(H_2O)$ , групп/нм <sup>2</sup>
	МСМ-48	1421	5,46	0,0061	2,57
2	МСМ-48	1387	4,77	0,0055	2,37
3	МСМ-41	667	4,79	0,0053	4,80
4	МСМ-41	1184	5,03	0,0056	2,84

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ – проекты 12-03-33170-мол\_а\_вед, 11-03-00650\_а, программа фундаментальных исследований УрО РАН – проект № 12-И-3-3033.*

## РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ «СЕРЕБРО-ПЛАТИНА»

Тастекова Э.А., Григорьева А.В.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
taechka24@mail.ru*

Среди наночастиц металлов особое место занимают коллоиды благородных металлов. Такие наночастицы являются эффективными катализаторами широкого спектра окислительных процессов, в том числе процессов парциального окисления олефинов, фотокаталитического окисления органических веществ и фотокаталитического разложения воды, электрокатализаторами. Одним из наиболее перспективных направлений разработки новых функциональных материалов на основе благородных металлов является создание биметаллических наночастиц. Биметаллические наночастицы особенно интересны благодаря

уникальным электрическим, химическим и оптическим свойствам, которые определяются формой, размером, составом и структурой наночастиц.

Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР) - хорошо известный аналитический метод, который успешно используется для анализа конформационных состояний биологических объектов, а также селективного детектирования органических веществ. В присутствии наночастиц благородных металлов, в особенности наночастиц серебра, интенсивность линий КР-спектров аналитов может быть усилена в  $10^3$  –  $10^{14}$  раз. Целью данной работы является разработка синтетических подходов для получения биметаллических наночастиц «платина-серебро» различной микроморфологии с различным соотношением металл-металл для изучения характера эффекта плазмонного резонанса и эффекта гигантского комбинационного рассеяния на модельных аналитах.

Биметаллические наночастицы «платина-серебро» были получены полиольным и боргидридным методом. В полиольном методе восстановление нитрата серебра осуществлялось этиленгликолем, стабилизатором выступал поливинилпирролидон ( $M_w \sim 30000$ ). В боргидридном методе синтез проводился в водном растворе, цитрат натрия использовался как стабилизатор. Полученные наночастицы серебра выступали в качестве затравок для синтеза биметаллических наночастиц серебро-платина типа «ядро-оболочка».

Получены биметаллические наночастицы различной морфологии, в том числе «ядро-оболочка», а также композитные частицы, представляющие собой кубики серебра с гранью 30-40 нм и поверхностью, иерархически модифицированной кластерами платины размером 2-3 нм. Изучены оптические свойства коллоидных растворов полученных наночастиц.

---

## *СЕКЦИЯ 2*

*Наноструктурные пленки и  
покрытия в конструкционных и  
функциональных материалах*

---

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

### **НАНОТЕКСТУРИРОВАННЫЕ СУПЕРГИДРОФОБНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛАХ ДЛЯ БОРЬБЫ С АТМОСФЕРНЫМ ОБЛЕДЕНЕНИЕМ**

Бойнович Л.Б.

*Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва  
boinovich@mail.ru*

Формирование и накопление льда нарушает работу механизмов и машин, в том числе самолетов, кораблей, морских нефтяных платформ, ветровых турбин, плотин, электростанций, линий электропередач и телекоммуникационного оборудования. В настоящее время значительные усилия исследователей направлены как на более детальное понимание физико-химических явлений, определяющих процессы обледенения, так и на создание более эффективных систем для предотвращения обледенения и/или борьбы с его последствиями. В последнее время все больший интерес вызывает решение проблемы снижения обледенения с использованием пассивной защиты на основе льдофобных поверхностей. Под льдофобными понимают поверхности, которые благодаря своим физико-химическим свойствам способствуют снижению накопления льда, снега и изморози на материалах, эксплуатирующихся в атмосферных условиях и систематически контактирующих с атмосферными осадками. Эффективность такого подхода определяется, с одной стороны, водоотталкивающими свойствами поверхности, минимизирующими накопление на поверхности воды, которая может кристаллизоваться. С другой стороны, для льдофобных поверхностей характерна низкая адгезия уже образовавшегося льда, изморози или мокрого снега. Последнее приводит к самопроизвольному удалению снега, льда или инея под действием собственного веса или ветровой нагрузки. Одним из наиболее перспективных направлений в создании льдофобных поверхностей является разработка и получение супергидрофобных покрытий на поверхности защищаемых материалов.

В докладе представлены методы получения нанотекстурированных супергидрофобных покрытий на металлах. Обсуждается ключевая роль наномасштабных элементов текстуры покрытия в достижении требуемых режимов смачивания и функционирование покрытий в условиях атмосферного обледенения. Демонстрируется эффективность снижения накопления льда, снега и инея на алюминии и стали с супергидрофобными покрытиями при отрицательных температурах в условиях выпадения ледяного дождя и снегопада.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ И СВОЙСТВА ПЕРСПЕКТИВНЫХ  
ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ, ЖАРСТОКИХ И БИОСОВМЕСТИМЫХ  
НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ**

Левашов Е.А., Штанский Д.В., Кирюханцев-Корнеев Ф.В.,

Замулаева Е.И., Кудряшов А.Е.

*НИТУ «МИСЦ», Москва*

*levashov@shs.misis.ru*

Методом магнетронного распыления при ассистировании ионной имплантацией с помощью композиционных СВС-мишеней получены многокомпонентные нс-покрытия: твердые с повышенной термической стабильностью и жаростойкостью; многослойные трибологические; многокомпонентные биоактивные наноструктурные покрытия.

Изучено влияние легирования Cr, Al, Si на структуру и свойства покрытий в системе Ti-B-N, Ti-C-N. Покрытие Ti-Cr-Si-C-N (а) имеет характерную колонную структуру с шириной колонн 50-150 нм и размером кристаллитов 8-25 нм, а в системе Ti-Al-Si-C-N (б) - более плотную однородную морфологию, состоящую из кристаллитов размером 3-15 нм. При этом фазовый состав покрытия (а) -  $Ti(C,N)_x$ , CrC,  $SiC_xN_y$ , а-С, покрытия (б) -  $(Ti,Al)(C,N)_x$ , SiC. Нс-пленки Ti-Al-Si-C-N, Ti-Cr-Si-C-N обладают рекордно высокой термической стабильностью до 1200°C. Разработаны высоко жаростойкие до 1400°C нс-покрытия в системе Cr-Al-Si-B-N. В работе представлены особенности строения данных покрытий.

В направлении самосмазывающихся покрытий предложены многослойные трибологические покрытия с коэффициентом трения менее 0.1, обладающие высокой выносливостью, стабильно низким коэффициентом трения без характерного участка приработки и способные работать как на воздухе, так и в воде. В частности, предложена концепция нанокompозитных самоадаптирующихся покрытий при повышенных температурах, когда каждая структурная составляющая играет свою особую роль: твердая фаза на основе карбидов, нитридов и боридов обеспечивает износостойкость; оксиды - повышенную жаро- и коррозионную стойкость; мягкие металлы Ag, Au, Pb, Cu или фазы Магнели - низкий коэффициент трения в широком интервале температур. Например, в системе Ti-Cr-B-N были получены нс-покрытия с твердостью 30 ГПа, термической стабильностью до 1000°C, скоростью износа  $(1.8-4.1) \times 10^{-7} \text{ мм}^3 \text{ Н}^{-1} \text{ м}^{-1}$ , жаростойкостью до 900°C и высокой коррозионной стойкостью в растворе 1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Введение в состав покрытия малого количества фазы WSe<sub>x</sub> позволило снизить коэффициент трения до 0.2 при неизменной твердости и

износостойкости. Перспективными оказались аморфные покрытия в системе Mo-Si-B(N), имеющие уменьшающийся с ростом температуры коэффициент трения при жаростойкости до 1300°C.

В работе впервые в мировой практике методом электроискрового осаждения получены покрытия на основе MAX- фазы Cr<sub>2</sub>AlC при осаждении на титановый сплав.

Исследовано комплексное влияние параметров поверхности (топографии, пористости и химии) на медико-биологические свойства титановых сплавов. Для варьирования параметров поверхности использованы технологии холодного (детонационного) распыления, электроэрозионной обработки, селективной лазерной наплавки и магнетронного напыления биоактивного покрытия. Лучшим сочетанием с точки зрения остеоинтеграции оказалось гибридное покрытие: нанесение биоактивного нс-покрытия Ti-(Ca,P,Zr,Ta,Si)-(C,N,O) на предварительно обработанную электроэрозионным методом титановую подложку.

## **ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОКРЫТИЙ ИЗ ТАНТАЛА И, ПРИМЫКАЮЩИХ К НИМ, ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НИКЕЛИДА ТИТАНА**

Мейснер Л.Л., Гудимова Е.Ю., Остапенко М.Г., Лотков А.И.  
*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*  
*egu@ispms.tsc.ru*

Одной из областей применения сплавов на основе никелида титана является медицина. В случае, когда размер имплантата из никелида титана составляет порядка нескольких микрометров необходимо повышение не только коррозионной стойкости, но и рентгеноконтрастности изделия, при этом сохраняя в материале свойства сверхэластичности и эффектов памяти формы. Известно, что тантал обладает свойствами высокой рентгеноконтрастности и хорошей биосовместимостью. Можно предположить, наличие покрытий из тантала позволит повысить рентгеноконтрастность имплантатов. Однако, нанесение покрытий приводит к изменению структурно-фазовых состояний в поверхностной модифицированной части материала, что может существенно повлиять на объемные функциональные свойства конструкций из никелида титана.

Целью данной работы является исследование фазового состава и структурных параметров покрытий из тантала, полученных методом магнетронного осаждения, и, примыкающих к покрытиям, поверхностных слоев никелида титана.

Материалом-основой для осаждения покрытий является сплав на основе никелида титана (далее – TiNi), характеризующийся двухфазным состоянием из основной фазы со структурой B2 (ОЦК, упорядоченная по типу CsCl, параметр решётки  $a_{B2}^0 = 3.0188 \pm 0.0005$  Å соответствует составу Ti<sub>49,4</sub>Ni<sub>50,6</sub>) и небольшого количества (< 5%об.) фазы Ti<sub>2</sub>Ni. Магнетронное осаждение тантала на поверхность образцов TiNi проводили в ИСЭ СО РАН (г. Томск) при следующих режимах: ток катода (Ta)  $I = 2,5$  А, напряжение  $U = 270$  В, разность потенциалов между образцом и мишенью  $U = 0$  В. Перед нанесением покрытий камеру заполняли Ag под давлением  $P_{Ag} = 0,3$  Па. Толщину осаждаемого слоя контролировали по скорости осаждения ( $v = 10$  мкм/ч). Образцы находились в неподвижном состоянии. Рентгеноструктурные исследования структурно-фазовых состояний образцов до и после осаждения покрытий проводили при комнатной температуре на дифрактометре ДРОН-7 (ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН, г. Томск) с использованием Co  $K_{\alpha}$ -излучения и Shimadzu XRD-6000 (Shimadzu, ЦКП ТГУ, г. Томск) в Cu  $K_{\alpha}$ -излучении.

Анализ рентгенограмм образцов никелида титана с покрытиями из тантала, показал, что в результате магнетронного осаждения формируется двухфазные ( $\alpha$ -Ta+ $\beta$ -Ta) покрытия. Установлено, что после осаждения покрытий из тантала параметр решетки фазы B2 в приповерхностных слоях материала-основы,  $a_{B2} = 3.0179 \pm 0.0005$  Å практически равен исходному значению. Значения параметра решетки фаз  $\alpha$ -Ta и  $\beta$ -Ta в покрытии соответственно равны  $a_{\alpha Ta} = 3.3543 \pm 0.0005$  Å,  $a_{\beta Ta} = 10.5500 \pm 0.0005$  Å,  $c_{\beta Ta} = 5.2900 \pm 0.0005$  Å и близки к эталонным значениям ( $a_{\alpha Ta}^0 = 3.3058 \pm 0.0005$  Å,  $a_{\beta Ta}^0 = 10.1949 \pm 0.0005$  Å,  $c_{\beta Ta}^0 = 5.313 \pm 0.0005$  Å). Сравнение рентгенограмм, полученных до и после осаждения покрытий из тантала, выявило отсутствие смещения рефлексов фазы B2, что свидетельствует об отсутствии деформации решетки в результате модификации. Качественная оценка размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) методами рентгеноструктурного анализа показала, что в покрытии из фаз  $\alpha$ -Ta и  $\beta$ -Ta размеры ОКР обеих фаз не превышают 50 нм, а для фазы B2 в приповерхностных слоях материала-основы изменений величины ОКР относительно её исходного состояния не наблюдается (ОКР > 100 нм).

Таким образом, показано, что в результате магнетронного осаждения тантала на поверхность сплава TiNi формируются наноструктурные двухфазные ( $\alpha$ -Ta+ $\beta$ -Ta) покрытия, которые не оказывает существенного влияния на структурно-фазовые состояния в поверхностных слоях материала-основы.

*Исследования проведены при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Государственный контракт № 16-522-11-2019-2).*

## **РОЛЬ КРИВИЗНЫ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕКСТУРЫ В ДОСТИЖЕНИИ СУПЕРГИДРОФОБНОГО СОСТОЯНИЯ**

Емельяненко А.М., Бойнович Л.Б.

*Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва  
ame@phyc.che.ac.ru*

В последнее время большое внимание в литературе уделяется созданию долговечных супергидрофобных покрытий на поверхности различных материалов. Стратегия целенаправленного получения таких покрытий была разработана нами в последние годы и включает решение трех задач. Это, во-первых, снижение поверхностной энергии материала путем обработки этой поверхности гидрофобными агентами. Во-вторых, это формирование на поверхности (путем обработки поверхностного слоя самого материала либо путем нанесения текстурирующих элементов из других материалов) текстуры с многомодальной шероховатостью. И, наконец, повышение локального угла смачивания текстурированной поверхности за счет выбора формы элементов текстуры. Важная роль последнего фактора была выявлена в самые последние годы. Нами было показано, что угол смачивания зависит не только от химической структуры поверхности, но и от ее кривизны [1].

В докладе влияние кривизны будет проанализировано на основе соотношения, связывающего юнговский угол с изотермой расклинивающего давления, толщиной смачивающей пленки и радиусом кривизны поверхности. Будет показано, что при радиусе кривизны элемента текстуры, сравнимом с протяженностью действия поверхностных сил в рассматриваемой трехфазной системе, влияние радиуса и знака кривизны на угол смачивания оказывается очень значительным. Будет продемонстрировано, что для частиц с радиусами порядка десятков и сотен нанометров искривление поверхности приводит к отклонению от угла смачивания, характерного для плоской поверхности или микронных частиц с аналогичным химическим составом. При этом для выпуклых поверхностей – нановолокон, нанотрубок и наночастиц – угол оказывается больше, чем на плоской поверхности. В то же время, на вогнутых поверхностях, например, внутри нанопор или в сферических нанополостях, он будет меньше, чем на плоской поверхности того же химического состава. Это чрезвычайно важный механизм, позволяющий эффективно управлять смачиванием в наноразмерных системах.

**ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ  
ПОКРЫТИЙ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ ЛАЗЕРНОМ СПЕКАНИИ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ**

Кривилев М.Д., Харанжевский Е.В., Лебедев В.Г., Данилов Д.А.,  
Данилова Е.В., Галенко П.К.

*Удмуртский государственный университет, Ижевск  
Institut für Nanotechnologie (INT), Karlsruher Institut  
für Technologie (KIT), Germany*

*Interdisciplinary Center for Advanced Material Simulation,  
Ruhr Universität Bochum, Germany  
Friedrich-Schiller-Universität Jena,*

*Physikalisch-Astronomische Fakultät, Germany  
mk@udsu.ru*

Представлен краткий обзор работы авторского коллектива по лазерной обработке материалов, спеканию металлических порошков и многомасштабному моделированию. В работе проанализирован синтез нанокompозитных покрытий при высокоскоростном лазерном спекании металлических порошков, применяемый для формирования поверхности с заданными свойствами при контролируемых параметрах ее обработки. Экспериментальный анализ полученных покрытий на основе системы Fe–Ni с содержанием никеля 3.2 и 10 вес.% Ni выявил образование композитного слоя, содержащего структурные элементы с размерами кристаллитов до 30 нм. Анализ данных ПЭМ и РФЭС подтвердил наличие локальной химической неоднородности компонентов, формируемой за счет спекания ультрадисперсных частиц железа и никеля.

Теоретический анализ, выполненный методом многомасштабного моделирования, показал, что сохранение композитной структуры порошкового слоя при спекании обусловлено двумя факторами. Во-первых, высокая плотность энергии облучения при импульсной лазерной обработке приводит к сверхвысоким скоростям нагрева и охлаждения зоны обработки, что способствует только частичному плавлению частиц порошка и, как следствие, наследованию исходного химического распределения. Во-вторых, расчеты характерных скоростей кристаллизации показывают, что они сопоставимы или превышают скорость диффузии никеля в расплаве. В результате наблюдается эффект захвата примеси и переход к режиму безразделительного затвердевания, когда сегрегация химических компонентов на движущейся поверхности раздела твердой и жидкой фаз отсутствует. Это способствует затвердеванию жидкой фазы с закалкой микроструктуры исходного (номинального) химического состава.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ № 09-02-12110 офи-м, ФЦП «Кадры» № 2009-1.5-507-007 и частичной поддержке ФЦП «Кадры» № 14.А18.21.0858, ФЦП «Образование» № 2.947.2011, Российского космического агентства КЭ «Перитектика». Полученные результаты (патент РФ № RU 2010113121 и программа для ЭВМ № 2010614748) применимы при разработке широкого класса функционально-градиентных композитных материалов.*

[1] Kruth J.P. Material inccress manufacturing by rapid prototyping techniques // CIRP Ann. 1991. Vol. 40. N 2. P. 603–614.

[2] Шишковский И.В. Лазерный синтез функционально-градиентных мезоструктур и объемных изделий. М.: Физматлит, 2009. 424 с.

[3] Кривилев М.Д., Харанжевский Е.В., Лебедев В.Г., Данилов Д.А., Данилова Е.В., Галенко П.К. Синтез композитных покрытий при высокоскоростном лазерном спекании металлических порошковых смесей // ФММ. Т. 114. Вып. 8, в печати.

## **ГАЗОФАЗНОЕ ОСАЖДЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК ДИОКСИДА ВАНАДИЯ**

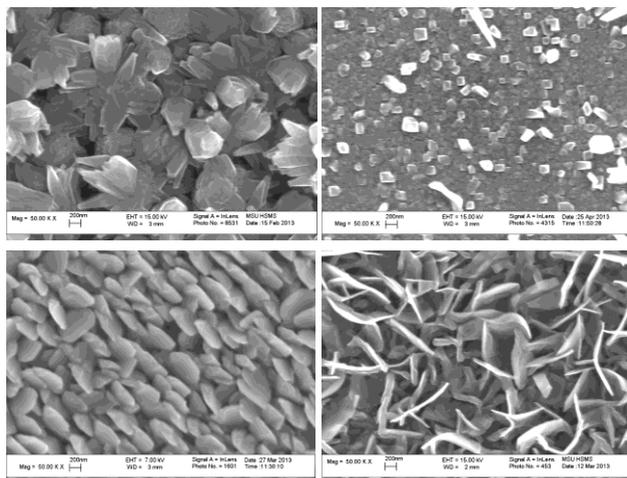
Макаревич А.М., Мальцева А.А., Короткевич А.А.,  
Тухтаев Х.Б., Кауль А.Р.

*МГУ имени М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва  
makarevich@inorg.chem.msu.ru*

Диоксид ванадия обладает рядом интересных особенностей: МД-переход происходит вблизи комнатной температуры (68°С для объемных образцов) и практически мгновенно (< 1 пс), при этом сопровождается огромным изменением проводимости (в  $\sim 10^4$  раз для монокристаллов). Он может быть вызван не только температурным воздействием, но и влиянием других физических факторов (действием электрического или магнитного поля, лазерного излучения). Набор этих уникальных качеств делает диоксид ванадия перспективным ключевым компонентом целого ряда новых миниатюрных устройств – электронных переключателей, термических, оптических и магнитных сенсоров, метаматериалов, устройств памяти.

Для стабилизации в пленочном состоянии требуемой фазы VO<sub>2</sub> в работе используется оригинальный химический подход, суть которого заключается в пирогидролитическом разложении молекул металл-органического комплекса в неокислительной среде. Такая схема процесса

обеспечивает сохранение степени окисления ванадия(IV) и позволяет проводить осаждение пленок при низких температурах (400-500°C).



В качестве прекурсоров выбраны  $\beta$ -дикетонаты ванадия(IV) общего состава  $VO(dik)_2$  ( $Hdik = RCOCH_2COR$ ) с различными заместителями ( $R = CH_3, C(CH_3)_3, CF_3$ ). Осаждение пленок диоксида ванадия проводилось на различные подложки – стекло,  $(001)TiO_2$  (со структурой рутила),  $\gamma-Al_2O_3$ . Определен фазовый состав полученных слоев и оценена их ориентация методами рентгеновской дифракции ( $2\theta$ -,  $\phi$ -сканирование). Морфология и микроструктура пленок исследованы методом электронной сканирующей микроскопии. Температурные зависимости сопротивления измерены 4-зондовым методом. Показано, что при низких температурах (400-450°C) возможно получение наноструктурированных пленок с различной морфологией кристаллитов в зависимости от природы подложки и скорости осаждения.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №12-03-31377.*

**ФОРМИРОВАНИЕ ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ НАНО- И СУБМИКРОСТРУКТУР В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МОНО- И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВОВ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННО-ПУЧКОВЫХ И ПЛАЗМЕННЫХ ОБРАБОТОК**

Мейснер Л.Л.<sup>1,2</sup>, Лотков А.И.<sup>1</sup>, Мейснер С.Н.<sup>1</sup>, Твердохлебова А.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup> *Национальный исследовательский Томский государственный*

*университет, Томск*

*llm@ispms.tsc.ru*

В современной практике для обеспечения определенных свойств на поверхности металлических материалов широко используются методы ионно-пучковой и плазменной обработки поверхности. Структурные состояния, которые формируются в приповерхностных слоях обработанных материалов, являются сильнонеравновесными, часто фрагментированными в нано-, субмикромасштабных диапазонах и своими параметрами существенно отличаются от исходных структурных состояний. Поля остаточных упругих напряжений, локализованные в таких слоях, влияют на морфологические и фазовые изменения структуры материала после энергетических воздействий ионными пучками, что, в свою очередь, приводит к изменению комплекса физических свойств материалов не только на их поверхностях, но и в объеме.

Сплавы на основе никелида титана характеризуются ярко выраженной анизотропией упруго-пластических свойств и их зависимостью от типа приложенных напряжений (растягивающих или сжимающих). Это проявляется как на характере мартенситных превращений этих сплавов в условиях присутствия внешних полей упругих напряжений: их последовательности, активизации или подавления, так и на особенностях и механизмах пластической деформации, если приложенные механические напряжения значительно превышают напряжения мартенситного сдвига. Очевидно, что приповерхностная структура в этих сплавах после энергетических воздействий ионными пучками во многом будет зависеть от ориентации зерна исходной фазы относительно направления внешней действующей силы.

В докладе представлены результаты исследования методами дифракции рентгеновских лучей и обратнорассеянных электронов закономерностей формирования градиентных нано- и субмикроструктур в приповерхностных слоях моно- и поликристаллов никелида титана под воздействием потоков ионов кремния средних энергий (высокодозовая

ионная имплантация), однокомпонентных плазменных струй из кремния (метод магнетронного осаждения) и комбинации этих воздействий.

Показано, что после осаждения покрытий из кремния на поверхность поликристаллов никелида титана откликом на его присутствие является фрагментация структуры сплава под покрытием и формирование подслоя толщиной в 2-3 зерна основной В2-фазы, расположенного на некотором удалении от поверхности. Внутри этого слоя, кроме основной фазы В2 сплава, после осаждения покрытия присутствует мартенситная фаза, индуцированная упругими напряжениями.

Обнаружено, что после ионно-пучкового воздействия на поверхность образцов монокристаллов, вырезанных так, чтобы направление воздействий ионным пучком (ионы кремния) совпадало с кристаллографическими направлениями  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  ОЦК-структуры основной фазы В2 TiNi, наблюдается изменение профиля и увеличение ширины рентгеновских линий, что указывает на изменение структурно-фазового состояния поверхностного слоя под ионно-модифицированной поверхностью и увеличение рентгеновской плотности дислокаций.

Изменение структуры материала-основы из никелида титана в поверхностной зоне под покрытием из кремния после его модификации ионными пучками кремния характеризуется градиентной структурой с плавным изменением ее параметров внутри отдельных зерен, выходящих на поверхность и сопряженных с ионно-модифицированным покрытием.

*Работа выполнена по проекту СО РАН № III.23.3.1.*

## **ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ И МОДИФИКАЦИИ СТРУКТУРЫ В ЗОНАХ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДА ТИТАНА**

Овчинников С.В.<sup>1</sup>, Кортаев А.Д.<sup>2</sup>, Пинжин Ю.П.<sup>1</sup>, Слабодчиков В.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup>*Национальный исследовательский Томский государственный университет,*

*Томск*

*ovm@spti.tsu.ru*

Актуальной задачей синтеза износостойких покрытий является определение соотношения между механо-трибологическими свойствами, особенностями структурно-фазового и упруго-напряжённого состояния после осаждения и закономерностями их модификации в зонах деформации и разрушения. В этой связи в работе исследована структура материала в участках наноиндентирования, скрэтч и трибологического

тестирования покрытий системы Ti-Al-Si-Cu-N, градиент по толщине которых элементного, фазового состава и структуры может обеспечить высокие адгезионную прочность, вязкость разрушения и низкий коэффициент трения, как необходимые свойства износостойких покрытий.

Покрытия получены методом магнетронного распыления в среде аргона и азота мишеней титана (BT 1-0), меди и сплава Al-Si при температуре осаждения около 150 °С. Состав и условия осаждения покрытий определяют невысокое (суммарно менее 5 ат. %) содержание легирующих элементов и структурное состояние, соответствующее фрагментированным на наноразмерные домены субмикроструктурным столбчатым зёрнам. Выполнена аттестация структурного состояния после осаждения в плоскости и направлении роста (поперечных сечениях) покрытий. Обнаружены особенности структурного состояния, связанные с конкурентным столбчатым ростом.

Методом наноиндентирования выполнены измерения механических (твёрдость, модуль Юнга) покрытий, сделаны оценки коэффициента интенсивности напряжения разрушения и удельной работы их адгезионного отслоения. В скрэтч-тестировании получены критические нагрузки разрушения покрытий на различных подложках, а при трибоиспытаниях – зависимость коэффициента трения от длины пути трения.

На основе результатов исследования структуры поверхности методом растровой электронной микроскопии установлены особенности макроскопического поведения деформации и разрушения покрытий в зависимости от типа нагружения и свойств подложки. Методом электронно-микроскопического темнопольного анализа изгиба-кручения кристаллической решётки определены особенности структурного состояния (дефектной микроструктуры) в участках деформации и разрушения в зонах наноиндентирования, скрэтч и трибологического тестирования.

Показано, во-первых, что, несмотря на низкие значения когезивной прочности, покрытия показывают пластичное поведение при локальной нагрузке. Во-вторых, установлено, что масштаб деформации и разрушения собственно покрытия зависит от соотношения прочностных характеристик покрытия и подложки. В-третьих, определены особенности структурного состояния, связанные с переориентацией и соответствующей фрагментацией кристаллической решётки в зонах деформации, показывающие её неоднородный характер, разрушение текстуры покрытий, рост величины изгиба-кручения решётки и локальных дискретных разориентировок, как в плоскости покрытия, так и

в направлении его роста. С использованием модельных представлений обнаруженных особенностей структурного состояния выполнены оценки величин локальных упругих напряжений. На основе полученных данных обсуждаются возможные механизмы модификации структуры в зонах деформации.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 13-08-00502-а.*

### **БЕЗИНДИЕВЫЕ ПРОЗРАЧНЫЕ ЭЛЕКТРОДЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ОЛОВА, ДОПИРОВАННОГО СУРЬМОЙ**

Петухов И.А.<sup>1</sup>, Паршина Л.С.<sup>2</sup>, Зуев Д.А.<sup>2</sup>, Лотин А.А.<sup>2</sup>,  
Новодворский О.А.<sup>2</sup>, Путилин Ф.Н.<sup>1</sup>, Шатохин А.Н.<sup>1</sup>, Маслаков К.И.<sup>1</sup>,  
Румянцева М.Н.<sup>1</sup>, Гаськов А.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*МГУ им. М.В.Ломоносова, Химический факультет, Москва*

<sup>2</sup>*Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН, Шатура  
ilya.petukhov.lssm@gmail.com*

Тонкоплёночные прозрачные электроды входят в состав солнечных батарей второго поколения, тонкоплёночных светодиодов и сенсорных дисплеев. SnO<sub>2</sub>(Sb) – перспективный материал для изготовления прозрачных электродов благодаря низкому удельному сопротивлению и высокой прозрачности в видимом оптическом диапазоне (400-800 нм), а также химической и механической стабильности, что делает его потенциальным заменителем дорогостоящего In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SnO<sub>2</sub> (ITO). Целью работы являлся синтез диоксида олова, допированного сурьмой, а также исследование влияния сурьмы на микроструктуру, электрофизические свойства, и оптические свойства тонких пленок SnO<sub>2</sub>(Sb).

Синтез тонких пленок SnO<sub>2</sub>(Sb) был осуществлен методом импульсного лазерного осаждения (эксимерный KrF-лазер, λ = 248 нм). Образцы были исследованы методами оптической спектроскопии, эллипсометрии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и рентгеновской диффрактометрии. Удельное сопротивление пленок, подвижность и концентрация носителей заряда были измерены четырехзондовым методом в квадратной геометрии контактов с использованием эффекта Холла.

Полученные тонкие пленки SnO<sub>2</sub>(Sb) обладают низким удельным сопротивлением (ρ ~ 10<sup>-3</sup> Ом·см) и высокой оптической прозрачностью (~85%) в диапазоне 400-800 нм. Минимальным удельным сопротивлением обладают пленки, полученные из мишени состава Sb/(Sn+Sb) = 2 ат. %. На дифрактограмме плёнки SnO<sub>2</sub>(Sb), отоженной

при 700°C, наблюдается преимущественная ориентация в направлении <200> (SnO<sub>2</sub>-касситерит). Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии установлено, что преобладающее зарядовое состояние сурьмы при вышеуказанных условиях – Sb<sup>5+</sup>.

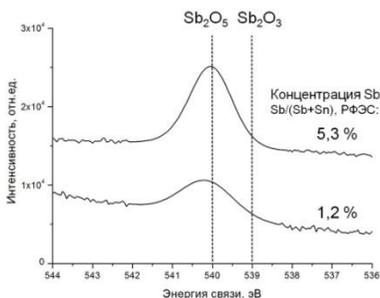


Рис. 1. (слева) Положение Sb 3d<sub>3/2</sub>-пики в РФЭС-спектрах пленок SnO<sub>2</sub>(Sb) с различным содержанием сурьмы.

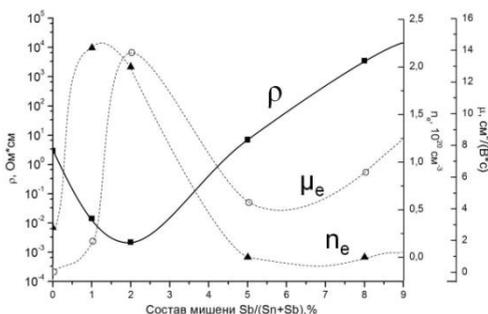


Рис. 2. (справа) Экспериментальные зависимости удельного сопротивления ( $\rho$ ), подвижности ( $\mu_e$ ) и концентрации носителей заряда ( $n_e$ ) в тонких пленках SnO<sub>2</sub>(Sb), полученных из мишеней различного состава, от катионного состава мишени.

## ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ МОДИФИКАЦИИ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА, ВВОДИМЫХ В СОПОЛИМЕР АС НА АДГЕЗИЮ ПОКРЫТИЯ К АЛЮМИНИЕВОМУ СПЛАВУ

Страполова В.Н.<sup>1</sup>, Юртов Е.В.<sup>2</sup>, Киселева Л.В.<sup>1</sup>, Мурадова А.Г.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ОАО «Композит», Королев

<sup>2</sup>РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва

otdel0654@gmail.com, nanomaterial@mail.ru

Оценена адгезия сополимера АС, модифицированного наночастицами оксида железа модифицированных и немодифицированных ПАВ.

Лакокрасочные материалы на основе акриловых пленкообразующих веществ отверждаются при обычной температуре в течение 1 – 4 часов, покрытия обладают твердостью и хорошей адгезией к металлам.

Для изготовления модифицированных композиций получены образцы наночастиц оксида железа в виде порошка (размер частиц 25 нм): с модифицированной ПАВ поверхностью, без поверхностной модификации.

Введение и перемешивание наночастиц в пленкообразующем проводилось с помощью ультразвукового диспергатора УЗДН-А. Перемешивание происходит интенсивно. Так как частицы обладают высокой красящей способностью, композиция приобретает интенсивный коричневатый цвет.

Композиции наносились на образцы из алюминиевого сплава методом пневматического распыления. Температура нанесения и сушки покрытия составляет от 18<sup>0</sup> до 25<sup>0</sup>С.

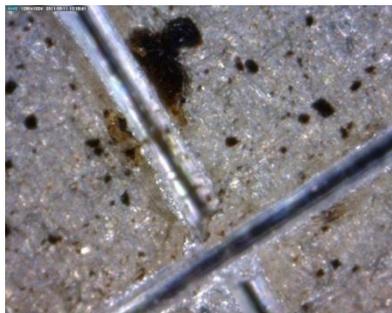


фото 1. Покрытие с наночастицами оксида железа без ПАВ с разрезом от решетки определения адгезии.

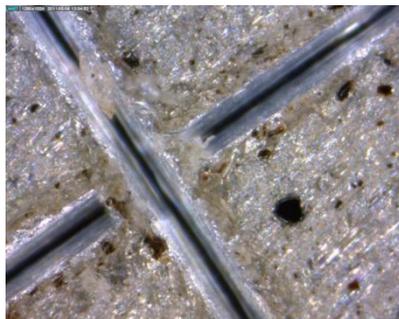


фото 2. Покрытие с наночастицами оксида железа с ПАВ с разрезом от решетки определения адгезии.

После высыхания определялась адгезия покрытия методом решетчатых надразов. Адгезия покрытия к алюминиевому сплаву составила 1 балл.

Внешний вид поверхности сформированного покрытия приведен на снимках 1 и 2, сделанных с помощью микроскопа Dino-Lite DigitalMicroscopePRO с 500-кратным увеличением.

Определена адгезия композиции к алюминиевому сплаву методом отрыва. Толщина нанесенного слоя  $\approx$  100 мкм. Площадь склеивания - 962,11мм. Исследуемые образцы испытывали на универсальной испытательной машине УТС-110-М на статическое растяжение со скоростью нагружения 10 мм/мин. Результаты приведены в таблице 1.

Табл. 1. Результаты определения адгезии методом отрыва.

Сополимер АС	Сополимер АС с наночастицами оксида железа без ПАВ	Сополимер АС с наночастицами оксида железа с ПАВ
6,22 МПа	8,35 МПа	19 МПа

**ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАДИЕНТНЫХ СТРУКТУР В  
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МОНО- И  
ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА  
МЕТОДАМИ ДИФРАКЦИИ ОБРАТНОРАСSEЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ  
И РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ**

Мейснер С.Н., Лотков А.И., Мейснер Л.Л., Твердохлебова А.В.  
*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*  
*msn@ispms.tsc.ru*

Сплавы на основе никелида титана обладают высокими прочностными и упруго-пластическими характеристиками, проявляют эффекты памяти формы и сверхэластичности, способны накапливать значительные деформации (4–6 %) и обратимо возвращать их без разрушения. Благодаря этим свойствам данные сплавы нашли широкое применение в медицине для изготовления имплантатов. Для обеспечения определенных свойств на поверхности металлических материалов широко используются методы ионно-плазменного осаждения с применением магнетронов. Фундаментальной основой для создания этими методами покрытий с высокими параметрами пластичности и прочности, коррозионноустойчивых, имеющих высокие адгезионные свойства, являются результаты экспериментальных исследований структурных состояний в слоях, которые формируются в покрытиях, переходных зонах и в приповерхностных слоях материала-основы, контактирующих с покрытием.

Цель работы – исследовать методами дифракции рентгеновских лучей и обратнорассеянных электронов закономерности формирования градиентных нано- и субмикроструктур в приповерхностных слоях никелида титана под воздействием потоков ионов кремния средних энергий (высокодозовая ионная имплантация), однокомпонентных плазменных струй из кремния (метод магнетронного осаждения) и комбинации этих воздействий.

Выводы: После осаждения покрытий из кремния на поверхность никелида титана откликом на его присутствие является структурное области материала-основы прямо под покрытием, а также формирование подслоя толщиной в 2-3 зерна основной В2-фазы, расположенного на некотором удалении от поверхности. Внутри этого слоя, кроме фазы В2 – главной фазы материала-основы, после осаждения покрытия, присутствует мартенситная фаза, индуцированная упругими напряжениями, после исчезновения которой образуется внутренняя граница раздела.

Изменение структуры материала-основы из никелида титана в поверхностной зоне под покрытием из кремния после модификации

ионными пучками кремния может быть описано в рамках многоуровневого подхода. А именно, уровень I (макроскопический) проявляется при построении карт разориентации зеренной структуры; уровень II (мезоскопический) проявляется в виде наличия разориентаций внутри отдельных зерен фазы В2, которые можно выявить используя построение диаграмм Родригеса-Франка. Уровень III (микроскопический) идентифицируется путем анализа разориентации кристаллической решетки в углах Эйлера. При использовании всех трех уровней рассмотрения (макро-, мезо-, микро-) можно сделать заключение о том, что под ионно-модифицированным покрытием в материале-основе из никелида титана формируется градиентная структура с плавным изменением ее параметров внутри отдельных зерен, выходящих на поверхность и сопряженных с ионно-модифицированным покрытием.

*Работа выполнена по проекту СО РАН № III.23.3.1*

## **ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРНОГО ГРАФИТНОГО ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО КОРТОИМПУЛЬСНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКОЙ**

Харанжевский Е.В., Решетников С.М., Ипатов А.Г.

*Удмуртский государственный университет, Ижевск*

*eh@udsu.ru*

Описаны изменения в микроструктуре, химическом и фазовом составе низкоуглеродистой нелегированной стали, подвергнутой короткоимпульсной лазерной обработке в среде аргона с формированием углеродного плазменного факела. Длительность импульса оптоволоконного лазера составляла 10 нс, поэтому основной механизм воздействия лазерного излучения является тепловым, однако, ввиду высокой плотности мощности излучения, развиваются высокие градиенты температуры ( $10^8$  К/м) и высокие скорости нагрева и охлаждения ( $10^7$  К/с). Такие условия приводят к перегреву наноразмерных частиц графита, предварительно нанесенных тонким слоем на поверхность стали и формированию углеродного плазменного факела. Энергетические режимы лазерной обработки подбирались так, чтобы обеспечить плавление тонкого слоя (около 1 мкм) поверхности стали. Таким образом, осуществлялось активное взаимодействие углеродной плазмы с металлическим расплавом подложки.

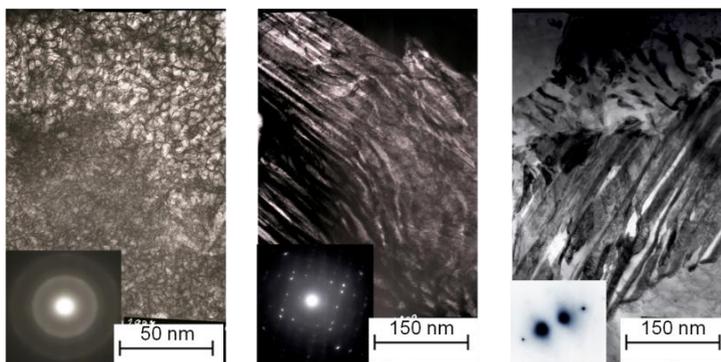


Рис. ПЭМ-изображение структуры тонкого графитного покрытия: а – аморфная графит-содержащая пленка; б – промежуточный слой, состоящий из карбидов  $\text{Fe}_5\text{C}_2$ ,  $\text{Fe}_7\text{C}_3$ ,  $\text{Fe}_{20}\text{C}_9$ ; с – перлит и полигонизованный феррит

Методами SEM, TEM, XPS, XRD установлено, что в результате обработки происходит формирование градиентного наноструктурного покрытия, также меняется структура поверхностных пленок стального образца. Микроструктура от исходной ферритной матрицы образца к поверхности покрытия можно описать чередованием следующих пленок: сильно пересыщенный твердый раствор углерода в альфа-железе; высокоуглеродистые модификации карбида железа составов  $\text{Fe}_5\text{C}_2$ ,  $\text{Fe}_7\text{C}_3$ ,  $\text{Fe}_{20}\text{C}_9$ ; аморфный графит-содержащий слой, толщиной около 400 нм. Каждый слой содержит включения графита до 20 вес.%. Аморфный слой предположительно содержит нанокристаллический графит и оксиды железа и имеет блочную структуру. Наличие переходных слоев обеспечивает прочное сцепление аморфной графит-содержащей пленки с поверхностью стали.

Электрохимические испытания с использованием потенциостата IPC Pro L показали уменьшение скорости коррозии в 20 раз по сравнению с необработанным образцом. Скорость анодного растворения значительно меньше аналогичных значений для нержавеющей сталей. Трибологические испытания показали уменьшение коэффициента трения на 20-30% при работе с высокими контактными напряжениями. Испытания проводились как в условиях работы со смазкой, так и при сухом трении.

**ВАКУУМНЫЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ АЛМАЗОПОДОБНЫЕ  
ПОКРЫТИЯ С ЛЕГИРОВАННОЙ НАНОКОМПОЗИТНОЙ  
СТРУКТУРОЙ И ИХ ПОВЕДЕНИЕ В УСЛОВИЯХ  
ТРЕНИЯ СКОЛЬЖЕНИЯ**

Хрущов М.М., Марченко Е.А.

*Институт машиноведения им. А.А. Благовраова РАН, Москва  
michel\_x@mail.ru*

Приведены результаты комплексного исследования легированных алмазоподобных покрытий, полученных с использованием вакуумных ионно-плазменных технологий двух различных типов. Легированные алмазоподобные пленки получали путем плазмохимического осаждения из паровой фазы (РА CVD) с использованием кремнеорганических газов-прекурсоров и дополнительного распыления металлического компонента или путем реактивного магнетронного осаждения в атмосфере, представлявшей смесь аргона и химически активных газов, один из которых был углеводородом. Образцы, получаемые химическим осаждением из кремнеорганических паров, представляли собой пленки, легированные кремнием и сочетанием кремний-молибден. Для легирования магнетронных покрытий использовали хром и активную смесь ацетилен-азот различных составов. При исследовании структуры и свойств покрытий были использованы рентгеновская дифрактометрия, металлографические методы, электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ, спектроскопия комбинационного рассеяния, результаты измерений кинетической микро- и нанотвердости. Трибологические исследования проводили на шариковом трибометре при нагрузках 0,02...0,2 Н. В качестве контртела использовали сферы из нитрид-кремниевой керамики диаметром 6 мм.

Покрытия, легированные кремнием и кремнием-молибденом на подложках из ряда сталей (ХН35ВТ, ШХ-15, 95Х18) и испытанные в паре с нитридом кремния, как показывают наши результаты, при трении в отсутствие смазки, как правило, обладают низкой работоспособностью и высоким коэффициентом трения. Исключением оказались покрытия а-С:Н:Si на 95Х18, долговечность которых, несмотря на коэффициент трения  $f \geq 0,5$  при сухом трении составила более 6000 циклов, и которые были работоспособны при давлениях на контакте до  $\sim 400$  МПа. В то же время, в условиях трения со смазкой (вазелиновое масло), т.е. при более легком режиме трения, работоспособность всех покрытий превысила 6000 циклов при средних значениях  $f$  на уровне 0,1...0,2. Возможные причины низкой работоспособности покрытий а-С:Н:Si и, особенно, а-С:Н:Si:Mo в условиях сухого трения можно, по мнению авторов, объяснить особенностями химического состава этих покрытий. Для

обоснования этой точки зрения используются экспериментальные данные, полученные в данной работе при инструментальном изучении пленок данного типа.

В магнетронных покрытиях, легированных хромом, исследовали особенности их неравновесной нанокompозитной структуры, которая в изученных нами покрытиях создаётся наноразмерными включениями металлического хрома и его различных карбидных и нитридных фаз в углеродной матрице. По данным спектроскопии комбинационного рассеяния углерод в этой легированных хромом и его фазами внедрения матрице имеет неупорядоченную алмазоподобную структуру с  $sp^3$ -преобладающим типом связей, что указывает на то, что исследуемые покрытия потенциально должны обладать высокими механическими и трибологическими свойствами. Последнее было подтверждено, как методами наноиндентирования ( $10 \leq H \leq 30$  ГПа), так и результатами триботехнических испытаний покрытий, нанесенных на подложки из стали ХН35ВТ, в условиях сухого трения (в некоторых случаях  $f \approx 0,06...0,08$ , а работоспособность лучше, чем у инструментальной ШХ-15). Показано, что формирование в полученных покрытиях наноструктурированных включений нитрида хрома дает возможность дополнительно повысить их механические и трибологические характеристики. Можно заключить, что покрытия а-С:H:Cr:N имеют значительный потенциал для их использования в узлах трения..

*Работы выполнены при финансовой поддержке гранта РФФИ № 11-08-00802 и Программы фундаментальных исследований ОЭМПУ РАН (проект № 12).*

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ОБРАЗОВАНИЯ СЛОЕВ НАНОПОРИСТОГО КРЕМНИЯ И ВЛИЯНИЕ НА НЕГО УСЛОВИЙ ТРАВЛЕНИЯ

Абрамова Е.Н., Хорт А.М., Яковенко А.Г.

*Московский государственный университет тонких химических технологий  
им. М.В.Ломоносова, Москва  
Overmind11@rambler.ru*

Значительный фактический материал, накопленный в процессе исследования процесса формирования слоев нанопористого кремния (НК) позволил к настоящему моменту сформулировать несколько теорий, объясняющих их образование. Однако при детальном анализе этих теорий и их сопоставлении возникает целый ряд принципиальных вопросов образования слоев НК. При этом в рамках уже существующих механизмов данные проблемы не могут быть решены.

Таким образом, вопрос о механизме образования слоев НК остается, на наш взгляд, актуальной научной задачей.

Было рассмотрено образование слоев НК в зависимости от различных параметров, таких как: тип проводимости и концентрация мелких примесей в исходном монокристаллическом кремнии, его кристаллографическая ориентация, состав травителя и условия проведения электролитического травления монокристаллического кремния, влияние различных внешних факторов (облучение светом различной длины волны) и т.д. В результате было получено, что в зависимости от условий проведения эксперимента, получаемые слои НК обладали принципиально различными свойствами. Это позволяет предположить, что получаемые структуры представляют собой различные системы, со своими характерными параметрами.

На основе полученных данных, и анализа представленных работ, были не только определены границы условий получения слоев НК, их тип и свойства, но также представлен механизм формирования слоев НК. Он позволяет не только объяснить процессы, приводящие к образованию НК, но также и предсказать свойства получаемых слоев.

## СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ АМОРФНОГО УГЛЕРОДА

Андреев А.В.<sup>1</sup>, Литовченко И.Ю.<sup>1,2</sup>, Коротаев А.Д.<sup>1</sup>,  
Борисов Д.П.<sup>1</sup>, Терехов П.А.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
Томск

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>3</sup>Томский университет систем управления и радиоэлектроники, Томск  
alexardas@mail.ru

Методом магнетронного напыления получены нанокomпозитные покрытия на основе аморфного углерода с наночастицами карбида титана. Методами электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа исследованы их фазово-структурные состояния.

Синтез покрытий проводился магнетронным методом на установке «ЛЕГЕНДА» в среде аргона при вакууме  $3 \times 10^{-3}$  Торр, температуре подложки  $T=480^\circ\text{C}$ , напряжении смещения  $U=50$  В. При напылении покрытий использовали три графитовых катода и один композиционный катод ( $d=100$  мм) из карбида титана на нихромовой связке в соотношении  $\text{TiC/NiCr} = 1:1$  (Ni – 40 вес. %, Cr – 10 вес. %). Расстояние от катодов до образца 140 мм.

Толщина полученных покрытий, равномерно распределенных по всей поверхности образцов, составила 2,8–2,9 мкм. Столбчатой структуры не обнаружено, что свидетельствует об удовлетворительном подборе режима напыления. Исходная твердость титановой подложки составила 2 ГПа. Твердость покрытий на основе аморфного углерода с наночастицами карбида титана 7–11,6 ГПа.

Результаты рентгеноструктурных исследований в скользящем пучке показали завышенный фон в интервале малых углов, что свидетельствует о наличии в покрытиях аморфной фазы, объемное содержание которой по приблизительным оценкам ~75%. На дифрактограммах наблюдаются уширенные пики, соответствующие нанокристаллическим фазам TiC, TiN, TiCN, Ni. Оценки ОКР дают значения для TiC, TiN, TiCN ~8,3 нм и для Ni ~11 нм.

Исследование элементного состава покрытий показало наличие пиков, соответствующих отражениям элементов Ti, C, Ni, Cr, присутствие которых обусловлено тем, что они входят в состав композиционного катода TiC(NiCr).

Электронно-микроскопический фазовый анализ полученных покрытий подтверждает наличие аморфной углеродной матрицы, в которой наблюдаются нанокристаллические частицы. Наночастицы размерами 3–5 нм, соответствующие фазам TiC, TiCN, TiN, однородно распределены в

аморфной углеродной матрице, наличие которой подтверждает диффузное гало на дифракционной картине. Кроме того, наблюдаются относительно крупные частицы размерами до 100 нм, межплоскостные расстояния которых близки к Ni.

В результате трибологических испытаний значения коэффициента трения для исследуемых покрытий составили (0,14 – 0,16) по сравнению со значениями для титана (0,5 – 0,7).

На основе проведенных структурных исследований полученные покрытия представляют собой сложный композит, состоящий из нанокристаллических фаз TiC, TiN, TiCN, а также частиц Ni размерами до 100 нм в аморфном углероде. Структурные исследования не обнаруживают в покрытии частиц, содержащих Cr. Следовательно, хром может содержаться в углеродной матрице в твердорастворном состоянии, тогда как нерастворимый в ней никель выделяется в самостоятельную фазу.

Обсуждаются перспективы использования исследованных покрытий (с аморфным углеродом в качестве твердой смазки), которые позволяют существенно повысить прочность, износостойкость и снизить коэффициент трения изделий из титана, в космической промышленности.

## **НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ВАКУУМНО-ДУГОВЫХ ПОКРЫТИЙ TiN ВВЕДЕНИЕМ В ИХ СОСТАВ МЕДИ**

Белов Д.С., Блинков И.В., Волхонский А.О.

*НИТУ «МИСус», Москва*

*LightningN4S@yandex.ru*

Наноструктурирование нитридных покрытий (получение их с размером зерен менее 100 нм) различного функционального назначения дает возможность реализовать в них высокие значения твердости, сочетающейся с пластичностью, что обеспечивает повышенные характеристики износостойкости в условиях как постоянных, так и знакопеременных нагрузок.

Один из возможных путей ограничивать рост зерен материала покрытия в процессе его осаждения - это введение в состав формируемого слоя компонентов, распределенных по поверхности зародышей основной фазы покрытия и ограничивающих их рост. Для выбора этих модифицирующих добавок основным критерием является отсутствие заметного растворения в нитридной фазе и склонности к нитридообразованию.

В настоящей работе проведены исследования по изучению структуры и свойств покрытий TiN–Cu с широким интервалом концентраций меди,

полученных методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения на твердосплавном режущем инструменте ТТ10К8Б, включая его испытания на стойкость при резании. Изучены процессы структуро- и фазообразования в системе Ti-N-Cu при формировании керамико-металлических покрытий с содержанием меди от 0 до 20 ат. % методом ионно-плазменного вакуумно-дугового осаждения, свидетельствующие о наличии в покрытии нитрида титана и меди, которая до концентрации её в покрытии до 10 ат. % находится в рентгеноаморфном состоянии.

Введение меди в состав покрытия приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы от 100 до 20 нм при изменении ее концентрации в указанном выше интервале.

Твердость покрытий при этом растет с 20 до 49 ГПа при увеличении меди в покрытии до 3,5 ат. %. Дальнейшее возрастание содержания меди до 20 ат. %, сопровождающееся измельчением кристаллитов нитридной фазы, характеризуется уменьшением твердости до 14-15 ГПа, которое связано с влиянием на нее мягкого пластичного металла и появлением пористости в покрытии.

В работе высказано предположение о влиянии на износостойкость изучаемых покрытий по сравнению с покрытиями из нитрида титана их повышенной теплопроводности и улучшенных трибологических свойств.

## **ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДАМИ МИКРОПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ И СВЕРХЗВУКОВОГО ГЕТЕРОФАЗНОГО ПЕРЕНОСА**

Бобкова Т.И.

*ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург*

*Taby87@mail.ru*

Показаны специфические особенности микроплазменного напыления, а также сверхзвукового гетерофазного переноса (сверхзвукового «холодного» газодинамического напыления).

Представлены результаты разработки технологии, включающей в себя комбинированное использование двух различных методов напыления, результатом является получение функционально-градиентных покрытий с высокими прочностными и эксплуатационными характеристиками.

Для формирования адгезионного подслоя на подложке из стали типа X18H8 предложено применять микроплазменное напыление порошка системы типа Fe-Cr-Al, что позволяет получить адгезию порядка 60-80 МПа. Основной слой покрытия формируют, используя сверхзвуковое «холодное» газодинамическое напыление (ХГДН), основанное на

эффекте образования напыленного слоя при набегании гетерофазного потока с частицами ( $D_{\text{ср}} = 50$  мкм) при скоростях до 1100 м/с. В качестве материала, используемого на данной стадии формирования покрытия, выбран композиционный порошок, полученный с использованием метода совместной деформации порошковых компонентов (металлического матричного и армирующего наноразмерного порошков) в чашевом истирателе. Принцип создания композиционного порошка конгломератного типа основывается на соединении пластичного порошка-матрицы (Al-Zn-Sn) с более твердым армирующим нанопорошком ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Пористость такого слоя не превышает 5%, а твердость изменяется от 3,2 до 5,8 ГПа и соответствует областям матричного материала и областям скопления армирующего материала. Завершающий функциональный слой получают микроплазменным напылением композиционного порошка системы Fe-Cr-Al/наноWC, изготовленного вышеуказанным способом. Износостойкость покрытия полученного таким методом в 1,7 превышает износостойкость покрытия, полученного традиционным методом, на основе порошка системы Fe-Cr-Al.

Для исследования характеристик функционально-градиентного покрытия использовались новейшие системы измерения и методики. Исследования микротвердости, морфологии поверхности и износостойкости каждого из составляющих слоев осуществлялось с помощью многофункционального модуля «НаноСкан-3D», позволяющего качественно определить многофазность покрытия и произвести независимые испытания каждой фазы с нанометровым разрешением. Микроструктура, а также пористость покрытия определялись по микрофотографии поперечного шлифа покрытия с помощью микроскопа Leica DM-2500. Определение сравнительной износостойкости покрытий, полученных методом микроплазменного напыления, к абразивному изнашиванию при трении о закрепленные абразивные частицы проводились на «Машине для испытания материалов на трение 2168 УМТ».

*Автор работы выражает глубокую благодарность к.т.н. Фармаковскому Б. В. и всем сотрудникам НИО-35 «ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей».*

## НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ MoCN-Ag ТРИБОТЕХНИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Бондарев А.В., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Штанский Д.В.

*НИТУ «МИСиС», Москва*

*andreybondarev@yml.com*

Во многих механических системах, материалы подвергаются одновременным трению и износу, что приводит к значительным энергетическим потерям, снижает эффективность и срок службы работы машин, оборудования и инструмента. Однако, в жестких условиях эксплуатации (высокие температуры, присутствие агрессивных сред, недоступность поверхности трения для подвода охлаждающих жидкостей и т.д.) возможности использования в узлах трения жидких и порошковых смазывающих материалов зачастую ограничены, кроме того, во многих случаях требуется уменьшить или устранить их опасное воздействие на окружающую среду. Поэтому закономерной тенденцией в области создания новых материалов триботехнического назначения является отказ от жидких смазок и смазок с порошковыми добавками в пользу модификации поверхности изделий тонкими PVD-покрытиями, обеспечивающими повышение износостойкости и снижение коэффициента трения.

Целью данной работы была разработка адаптирующихся покрытий с низким коэффициентом трения для эксплуатации в интервале температур 25 - 700 °С, изучение их структуры и свойств.

Нанокomпозиционные покрытия MoCN-Ag были получены методом импульсного магнетронного распыления молибденовых и графитовых мишеней и распылением серебряной мишени с использованием дополнительно источника. Структура и состав покрытий были исследованы методами рентгенофазового анализа (РФА), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда (ОЭСТР). Состав покрытий и продуктов износа в зоне трибологического контакта изучался с использованием микрорентгеноспектрального анализа и Рамановской спектроскопии. Покрытия осажденные в смеси Ar + 15 %N<sub>2</sub> состояли из кубической фазы Mo(C,N) и металлического серебра, покрытия осажденные в атмосфере чистого азота состояли из с-MoN, h-Mo<sub>2</sub>C, аморфного С и металлического Ag. Нанокomпозиционные покрытия MoCN-Ag демонстрировали коэффициент трения 0,3 – 0,4 в диапазонах температур 25 – 100 °С и 400 – 700 °С. Этот факт объясняется наличием углерода при низких температурах и наличием оксидов молибдена и

молибдатов серебра в зоне трибологического контакта при повышенных температурах. Адгезия покрытий MoCN-Ag к подложке из твердого сплава ВК6, измеренная методом скратч-тестирования составляла более 70 Н. Сопротивление разрушению при многократных знакопеременных нагрузках для покрытий было оценено с помощью импакт-тестера. Покрытие MoCN-Ag не разрушилось при нагрузках 1300 и 700 Н после  $10^4$  и  $10^5$  ударов соответственно. Отметим, что разрушение при больших нагрузках скорее связано с адгезией покрытия, а не с усталостным разрушением, как таковым. Полученные экспериментальные результаты могут быть использованы для дальнейшего усовершенствования нанокпозиционных покрытий с механизмом температурной адаптации фазового состава в зоне трибологического контакта

### **КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И ИЗМЕНЕНИЕ ТВЕРДОСТИ АМОРФНОГО СПЛАВА $Fe_{78}P_{20}Si_2$ ПРИ КРАТКОВРЕМЕННОЙ ФОТОННОЙ ОБРАБОТКЕ**

Канькин С.В., Боряк А.В., Ильинова Т.Н., Вавилова В.В.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
svkannykin@gmail.com*

Исходный аморфный сплав состава (Fe – 78 ат.%, P – 20 ат%, Si – 2 ат.%) был получен методом закалки из жидкого состояния. Фотонную обработку (ФО) сплава проводили излучением ксеноновых ламп ( $\lambda=0,2-1,2$  мкм) в вакууме при энергии поступающего на образец излучения (D)=5-40 Дж/см<sup>2</sup> (время обработки 0,25-2 с соответственно) на установке УОЛ.П-1М. Термическую обработку (ТО) в вакууме при температуре 100-500 °С с шагом 100 °С в течение 3,5 ч в каждой точке проводили в высокотемпературной камере Anton Paar НТК-1200N. Скорость нагрева составляла 25 град/мин.

Фазовые превращения в сплаве после ФО и непосредственно в процессе ТО (in situ) исследовали методом рентгеновской дифрактометрии на приборе ARL X'TRA в геометрии параллельного пучка. Размер ОКР нанокристаллических фаз определяли по методу Селякова-Шерера, степень кристалличности по методу Хуанга [1]. Исследование механических свойств производили методом наноиндентирования на приборе Nano Hardness Tester фирмы CSM Instruments. Значения твердости по Мейру и модуля Юнга поверхностного слоя образцов определяли по методу Оливера и Фарра. Морфологию поверхности в окрестности отпечатков индентора Берковича исследовали методом АСМ на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47.

Установлено, что ФО в диапазоне  $D$  до  $15 \text{ Дж/см}^2$  не изменяет фазовый состав сплава. При  $D=20 \text{ Дж/см}^2$  сплав кристаллизуется с образованием нанокристаллических фаз  $\text{Fe}_3\text{P}$ ,  $\text{Fe}_2\text{P}$  и  $\alpha\text{-Fe(P,Si)}$  (средний размер ОКР преобладающей фазы  $\text{Fe}_3\text{P} \sim 75 \text{ нм}$ ), при сохранении 30% аморфной матрицы. При дальнейшем увеличении  $D$  новые кристаллические фазы не образуются, при этом практически полная кристаллизация сплава (доля аморфной матрицы  $<10\%$ , при среднем размере ОКР  $\sim 90 \text{ нм}$ ) происходит при  $E_{\text{и}}=40 \text{ Дж/см}^2$ . При ТО кристаллизация начинается при  $T=200 \text{ }^\circ\text{C}$  с образования фазы  $\text{Fe}_3\text{P}$ . При дальнейшем увеличении температуры отжига до  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  на дифрактограммах, появляются рефлексы фаз  $\text{Fe}_2\text{P}$ ,  $\alpha\text{-Fe(P,Si)}$  при сохранении аморфной составляющей около 20%. Дальнейшее увеличение температуры не приводит к изменениям фазового состава, при этом уменьшается доля аморфной матрицы (до 5% для  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ) и увеличивается средний размер ОКР от 35 нм ( $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ) до 55 нм ( $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Кроме того, следует отметить наличие текстуры  $\langle 112 \rangle \text{ Fe}_3\text{P}$ . Таким образом, особенностью фотонной обработки по сравнению с ТО является менее дисперсная структура нанокристаллических фаз.

Установлено, что твердость сплава не зависит от величины максимальной нагрузки на индентор. Показано, что до обработки сплав имел твердость  $H=8,0\pm 0,3 \text{ ГПа}$  и модуль Юнга  $E=130\pm 10 \text{ ГПа}$ . В диапазоне  $D=5-15 \text{ Дж/см}^2$  ФО не приводила к существенным изменениям механических свойств сплава. При  $D$ , соответствующей порогу кристаллизации ( $20 \text{ Дж/см}^2$ ) твердость и модуль Юнга увеличивались соответственно до  $14\pm 0,7 \text{ ГПа}$  и  $182\pm 10 \text{ ГПа}$ . Дальнейшее увеличение дозы приводило к уменьшению  $H$  и  $E$  и при  $D=40 \text{ Дж/см}^2$  (полная кристаллизация) их величины практически соответствовали исходным. Эта закономерность согласуется с соотношением твердости аморфных, нанокристаллических и микрокристаллических структур [2]. Анализ морфологии поверхности в окрестности отпечатков индентора для аморфного и кристаллизованного сплавов позволяет сделать заключение о большей вязкости последнего.

*Работа выполнена в рамках гранта РФФИ №13-03-97523-р\_центр\_а.*

1. S. Huang. Structure and structure analysis of amorphous materials. Claredon, Oxford (1984)
2. О.К. Белоусов, Н.А. Палий, В.Т. Заболотный. К вопросу о максимальной прочности металлов и сплавов в кристаллическом, аморфном и нанокристаллическом состояниях / Металлы, 2011, №1, с.39-54

## МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ ПЛЕНОК НА ПРИМЕРЕ МАССИВОВ КАНТИЛЕВЕРОВ ИЗ АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Клименко А.А.<sup>1</sup>, Бойцова О.В.<sup>1,2</sup>, Лебедев В.А.<sup>1</sup>,

Симонов В.Н.<sup>3</sup>, Матисон Н.А.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва

<sup>2</sup>Институт общей и неорганической химии им. Курнакова РАН, Москва

<sup>3</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва  
aleshablond@yandex.ru

Последнее десятилетие ученое сообщество уделяет много внимания изучению механических свойств пленочных объектов. Это обусловлено их важностью в описании и понимании поверхностных процессов в свете современных разработок нанотехнологии. Подобные исследования ведутся в том числе и на пористых пленках, ставших остро привлекательным материалом для сенсорики и медицины. Значительный материаловедческий интерес представляет изучение поверхностных процессов в пористых кантилеверах, которые эффективно могут заменить существующие объемные биосенсоры. Принцип действия таких сенсоров основан на изменении механических свойств (сдвиг резонансной частоты, изгиб балки и т.д.) в результате адсорбции анализируемого вещества на поверхность кантилевера. Получение оптимальных эксплуатационных характеристик пленок (эффективности, экономичности, долговечности) сопряжено с технологическими трудностями. Результаты, полученные в более ранних исследованиях, как правило, не учитывают способы получения реальной пористой пленки, технологические особенности ее обработки, влияние пористой структуры на механические свойства твердой поверхности. Необходимо отметить, что связь величин, характеризующих процесс адсорбции, и механических параметров твердого тела (в том числе пористого) не изучена даже феноменологически.

Целью данной работы является изучение резонансных характеристик кантилеверов на основе пористого оксида алюминия в различных средах, и выявление эффективности применения таких объектов в качестве датчиков влажности. Для структурирования оксидного слоя в работе применяли метод химической фотолитографии.

Экспериментально установлено, что увеличение толщины пористой балки приводит к увеличению ее жесткости, это в свою очередь обуславливает увеличение резонансной частоты перпендикулярных колебаний. Общий вид амплитудно-частотной характеристики кантилеверов не зависит от области детектирования, а интенсивность анализируемого сигнала уменьшается при перемещении лазерного луча

от конца к основанию балки. Экспериментально установлено, что при механическом возбуждении кантилеверов возникают как колебания перпендикулярные поверхности балки, так и торсионные. Добротность нормальных колебаний возрастает при помещении кантилевера из атмосферного воздуха в вакуум ( $10^{-5}$  мбар). Выявлено, что сдвиг пиков, соответствующих нормальным колебаниям, при помещении кантилевера из атмосферного воздуха в вакуум ( $10^{-5}$  мбар), происходит в сторону более высоких частот.

Предложена конечно-элементная математическая модель колебаний микрокантилеверов из анодного оксида алюминия. С использованием модели исследовано влияние пористости анодного оксида алюминия на эффективные модули упругости и частотные спектры микрокантилеверов. Получены аналитические выражения для расчета эффективных модулей упругости, так коэффициент жесткости для пористого оксида алюминия, полученного при 40В в 0,3 М щавелевой кислоте, равен 140 ГПа.

*Исследование выполнено в рамках проекта, поддержанного грантом РФФИ №13-08-01382.*

## **СИНТЕЗ МНОГОСЛОЙНОГО ГРАФЕНА МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ГАЗОФАЗНОГО ОСАЖДЕНИЯ НА МЕДИ**

**Костогруд И.А.<sup>1,2</sup>, Смовж Д.В.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>*Институт теплофизики им. С. С. Кутателадзе СО РАН, Новосибирск*

<sup>2</sup>*Новосибирский государственный университет, Новосибирск*

*ikostogrud@gmail.com, dsmovzh@gmail.com*

Углерод – один из самых распространенных элементов на Земле. Он обладает наибольшим разнообразием аллотропных модификаций: алмаз, графит, фуллерен, углеродные нанотрубки, графен и др. Графен – один слой графита. Атомы углерода в графене соединены sp<sup>2</sup> гибридизованными связями в гексагональную двумерную решетку. Наряду с однослойным графеном интерес привлекают двуслойный и многослойный графен (до 10 слоев).

Актуальность развития методов получения графена обусловлена его уникальными свойствами. Графен имеет высокую электро- и теплопроводность, прозрачность и механическую прочность, это делает его интересным материалом для многих приложений. Прежде всего, это применения в опто-и наноэлектронике (сенсорные экраны, солнечные элементы, гибкие электронные устройства, высокочастотные транзисторы, логические транзисторы), фотонике (фотодетекторы, оптические модуляторы, лазеры с синхронизацией мод/ТГц генераторы и

оптические поляризаторы), композитные материалы, краски и покрытия. Графен рассматривается как достойный кандидат для замены ИТО электродов. Атомы углерода в графене могут взаимодействовать с атомами других элементов, таких как азот, фтор, водород и др. Данные структуры имеют широкие перспективы применения в таких областях как катализ и водородная энергетика. Существует несколько методов получения графена. Их можно разделить на три основные группы: механическое расщепление, химическое расщепление и химическое газофазное осаждение.

Данная работа посвящена развитию метода химического газофазного осаждения для синтеза графена. Синтез графена осуществлен в термическом реакторе при атмосферном давлении на медных подложках. В качестве газа прекурсора использовался метан (99,9%), в качестве подложек использовалась медная фольга толщиной 30 мкм. Эксперименты проведены, при различных температурах (970-1010°C), составах газовой смеси (Ar/He+H<sub>2</sub>+CH<sub>4</sub>), временах экспозиции (5-30 мин.), скоростях охлаждения образцов (медленное охлаждение - 3,4°C/мин; быстрое охлаждение - 300°C/мин). Анализ синтезированных пленок проведен методом спектроскопии комбинационного рассеяния (КР).

В экспериментах получены образцы многослойного графена (2-9 слоев). Проведен анализ КР-спектров пленок, синтезированных при различных условиях. Отработана процедура охлаждения. Обнаружено, что параметры охлаждения существенно влияют на полученные пленки. Показано, что синтез с низкой концентрацией метана (~ 1 %) приводит к уменьшению дефектов пленки. Выявлено, что наименьшее количество слоев графеновой пленки (отношение 2D/G линий, положение 2D пика) достигается при температуре реактора 1000°C, газовой смеси (Ar:H<sub>2</sub>:CH<sub>4</sub> = 100:3:10 н.см<sup>3</sup>/мин), времени экспозиции 30 минут и быстром остывании в этой же газовой смеси. Наилучшее качество (отношение D/G линий) достигается при температуре реактора 1010 °C, газовой смеси (Ar:CH<sub>4</sub> = 100:10 н.см<sup>3</sup>/мин), времени экспозиции 10 минут и медленном остывании в этой же газовой смеси.

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК НА ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВАХ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Котенева М.В., Никулин С.А., Рожнов А.Б.

*НИТУ «МИСис», Москва*

*mariakt@yandex.ru, nikulin@misis.ru, rojnov@nm.ru*

В зависимости от химического состава сплава, состояния поверхности и условий окисления циркониевых сплавов в процессе эксплуатации в атомных реакторах формируются оксидные пленки с различным составом, структурой и дефектностью. В настоящее время немного опубликованных данных о структуре и механических свойствах оксидных пленок, полученных в различных условиях окисления на образцах после интенсивной пластической деформации. Целью настоящей работы является исследование структуры и механических свойств оксидных пленок, формирующихся в образцах циркониевых сплавов после интенсивной пластической деформации (ИПД) равноканальным угловым прессованием.

Исследовали пленки на пластинчатых образцах сплава Э125 (Zr - 2,5 %Nb) с ИПД равноканальным угловым прессованием ( $N=4$ ,  $T=460$  °C) и без него после автоклавных испытаний при условиях  $T=400$  °C,  $P=10,5$  МПа,  $t=300$  сут. Структуру оксидных пленок изучали методом просвечивающей (ПЭМ) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), фазовый состав пленок методом рентгеновской дифрактометрии. Измеряли микротвердость пленок методом Оливера-Фара. Проведены испытания на изгиб пластинчатых образцов с пленками с записью диаграммы акустической эмиссии (АЭ). Измерена адгезионная/когезионная прочность оксидных пленок образцов. В сплаве Э125 без ИПД по всей толщине пленки от границы раздела «металл-пленка» и до поверхности пленки наблюдались вытянутые, столбчатые зерна толщиной 64 нм. В сплаве Э125 после ИПД формируются пленки с зернами разного размера и формы. У поверхности пленки - равноосные мелкодисперсные зерна диаметром 20 нм, а у границы раздела «металл-пленка» - крупные столбчатые толщиной 55 нм. В обоих состояниях наблюдались зерна только моноклинной модификации диоксида циркония. Испытания на изгиб с записью диаграммы АЭ показали, что образование трещин в образцах сплава Э125 без ИПД начинается при меньшей деформации, чем в образцах сплава Э125 после ИПД при этом механизмы разрушения пленок образцов сплавов Э125 и Э125 после ИПД различны. Преимущественный механизм разрушения пленки сплава Э125 – образование трещин, перпендикулярных поверхности пленки, а в сплаве Э125 после ИПД – отслаивание пленки от основы.

**СОЗДАНИЕ ПОКРЫТИЙ В СИСТЕМЕ Ti-Al-Si-C-N С ЗАДАННОЙ НАНОКОМПОЗИЦИОННОЙ СТРУКТУРОЙ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩЕЙ ВЫСОКУЮ ТВЁРДОСТЬ И ТЕРМИЧЕСКУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ**

Купцов К.А., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Шейко А.Н.,

Штанский Д.В., Левашов Е.А.

*НИТУ «МИСиС», Москва*

*kuptsov.k@gmail.com*

Способность покрытий обеспечивать высокую твёрдость в широком температурном диапазоне является ключевой для применения их в качестве упрочняющих при высокоскоростной металлообработке и сухом резании, т.к. рабочая температура на режущей кромке инструмента достигает 800°C и даже может превышать 1000°C при непрерывной обработке термоупрочнённых инструментальных сталей.

Твёрдые покрытия также широко применяются в качестве антифрикционных, особенно для деталей в автомобильной и аэрокосмической промышленности, где термическая стабильность является критическим требованием.

В нашей последней работе мы сообщали о покрытиях Ti-Si-C-N, легированных алюминием, с исключительно высокой термической стабильностью [1]. Целью данной работы являлось создание покрытий в системе Ti-Al-Si-C-N с заданной структурой, обеспечивающей высокую твёрдость и термическую стабильность.

Покрытия Ti-Al-Si-C-N были осаждены с помощью магнетронного распыления СВС мишеней Ti-Al-Si-C-N в газовой среде Ar+15%N<sub>2</sub>. В качестве подложек использовался поликор (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Для обеспечения лучшей адгезии на начальном этапе осаждения применялась техника комбинированного магнетронного распыления с ионной имплантацией.

Полученные покрытия были отожжены в вакууме при различных температурах до 1500°C. Структура и фазовый состав исходных и отожженных покрытий были исследованы с помощью рентгенофазового анализа (РФА), сканирующей и просвечивающей микроскопий высокого разрешения, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), а также спектроскопии комбинационного рассеяния. Состав и распределение элементов по толщине были получены с помощью оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда (ОЭСТР) и РФЭС. Механические свойства (твёрдость, модуль упругости и упругое восстановление) исходных покрытий и покрытий после вакуумного отжига были получены с помощью наноиндентирования.

Особое внимание было уделено изучению фазовых превращений в покрытии в температурном диапазоне 1000-1400°C.

Полученные результаты показали, что магнетронное распыление мишени Ti-Al-Si-C-N приводит формированию нанокпозиционной структуры типа «гребёнки», в которой колончатые зёрна (Ti,Al)(C,N) диаметром до 20 нм, разделены тонкими прослойками аморфных слоёв, препятствующих граничной диффузии между кристаллитами до 1300°C. Данная структура обладает очень высокой термической стабильностью для покрытий этого класса с ГЦК структурой, стабильной в температурном диапазоне 25-1400°C. Твёрдость покрытий при повышении температуры и 25 до 900° изменялась с 41,5 до 43 ГПа, достигала максимального значения 49 ГПа при 1000°C, после чего наблюдалось постоянное снижение до 37 ГПа при 1300°C.

[1] D.V. Shtansky, K.A. Kuptsov, Ph.V. Kiryukhantsev-Korneev, A.N. Sheveyko. “Comparative investigation of Al- and Cr-doped TiSiCN coatings”, Surface and Coatings Technology, 2011, Vol. 205, pp 4640-4648.

## ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЁНОК СЕЛЕНИДОВ МЕТАЛЛОВ

Малий Л.В., Мокроусов Г.М.

*Томский государственный университет, Томск*

*maliyln@mail.ru*

В данной работе рассмотрен процесс электрохимического синтеза тонких пленок полупроводников  $A^{IV}B^{VI}$  на примере селенида кадмия и селенида цинка. Интерес к получению селенидов кадмия и цинка обусловлен их оптическими и фотокаталитическими свойствами и применением в оптике, световой технике, в солнечных батареях и фотовольтаических системах. Метод электрохимического осаждения имеет ряд преимуществ перед другими методами синтеза, такие как возможность контроля процесса формирования пленки путем варьирования условий и параметров осаждения, работа при низких температурах, а также простота аппаратного оформления и экономичность процесса в целом.

Для теоретического изучения процесса синтеза ранее были рассмотрены фазовые равновесия в системе полупроводник–вода, построены диаграммы потенциал–рН, которые показывают области стабильного существования веществ в воде в зависимости от потенциала, рН раствора и присутствия кислорода в системе. Рассмотрены условия и продукты разрушения данных полупроводников. Показано, что при синтезе селенида цинка неизбежно образуется фаза элементарного селена.

Методом циклической вольтамперометрии изучено электрохимическое поведение  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  и  $\text{H}_2\text{SeO}_3$  в кислой среде на медном электроде, отдельно друг от друга и при совместном присутствии. При совместном присутствии в растворе  $\text{H}_2\text{SeO}_3$  и ионов металла на катодной кривой появляется новый пик ( $-500$ - $550$  мВ для  $\text{CdSe}$  и  $-700$ - $750$  мВ для  $\text{ZnSe}$  (отн.  $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{1M KCl})}$ )), расположенный между пиками восстановления селена и металла, который относят к образованию новой фазы бинарного соединения  $\text{MSe}$  ( $\text{M}=\text{Cd}, \text{Zn}$ ). На анодной кривой, при обратном ходе развертки потенциала, также появляется новый пик, соответствующий окислению соединения. По форме анодного пика можно сделать вывод, что растворение  $\text{MSe}$  является сложным процессом и происходит в несколько стадий.

Тонкие плёнки селенидов цинка и кадмия получали электрохимическим осаждением при постоянном потенциале на медную пластину из сернокислых растворов, содержащих  $\text{CdSO}_4$  или  $\text{ZnSO}_4$  и  $\text{H}_2\text{SeO}_3$ . Значение pH раствора было выбрано равным 2 во избежание присутствия в растворе других форм селена при потенциале осаждения. Значения потенциалов осаждения  $\text{CdSe}$  и  $\text{ZnSe}$  были выбраны из соответствующих катодных вольтамперных кривых. Для исключения образования фазы элементарного селена использовался стократный избыток ионов металла по сравнению с  $\text{H}_2\text{SeO}_3$ .

Морфология поверхности полученных пленок исследована с помощью метода сканирующей электронной микроскопией (СЭМ). На СЭМ-изображениях видно, что пленки нанесены на подложку равномерно, размер зерен находится в диапазоне 250-450 нм. По данным энергодисперсионного анализа соотношение  $\text{Cd}/\text{Se}$  в селениде кадмия близко к 1, селенид цинка содержит некоторый избыток селена. Изучены электрохимические и оптические свойства полученных пленок

### ЭЛЕКТРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ДИСПЕРСИОННО-ТВЕРДЕЮЩИХ КЕРАМИК Ti-Zr-C И Ti-Nb-C И ЭЛЕКТРОИСКРОВЫЕ ПОКРЫТИЯ ИЗ НИХ

Манакова О.С., Левашов Е.А., Курбаткина В.В.

*НИТУ «МИСус», Москва*

*manakova\_ol@mail.ru*

Повысить качество и долговечность работы машин и механизмов - это залог успешного развития машиностроения и других важнейших народнохозяйственных отраслей промышленности. Одним из наиболее эффективных путей повышения надежности работы изделий является нанесение специальных покрытий на рабочую поверхность. Широкое

распространение для локального упрочнения деталей и инструментов получил метод электроискрового легирования (ЭИЛ), позволяющий получать покрытия с заданными свойствами. К достоинствам технологии ЭИЛ относятся высокая адгезия покрытий, относительная простота процесса, экологическая чистота, низкая энергоемкость и быстрая окупаемость.

Вольфрамсодержащие твердые сплавы марок ВК, ТК, ТТК, традиционно применяемые в качестве электродных материалов, обладают высокой эрозионной стойкостью, низким коэффициентом переноса, низкой твердостью формируемых покрытий, низкой жаростойкостью и высоким коэффициентом трения покрытий [1].

Принципиально новый подход в получении электродов для ЭИЛ открывается с применением СВС- компактирования (СВС - самораспространяющийся высокотемпературный синтез). Электроды, полученные методом СВС- компактирования, обладают особыми физико-механическими и химическими свойствами, что связано с образованием мелкодисперсной структуры вследствие высоких температур и быстроты происходящих процессов.

Ранее проведенные исследования с использованием технологии СВС-компактирования позволили разработать дисперсионно- твердеющие материалы систем Ti-Zr-C и Ti-Nb-C с металлической связкой с заданными свойствами: высокой твердостью и повышенной жаростойкостью. Эти материалы предложены в качестве электродных для нанесения покрытий по технологии импульсного электроискрового легирования.

В данной работе отработаны условия нанесения сплошных электроискровых покрытий на подложках из титанового сплава ВТЗ-1 и стали Х12МФ. Исследована эрозия анода (электрода) и кинетика осаждения покрытий на катод (подложку) при различных частотно-энергетических режимах. Проведены исследования свойств покрытий: толщина, сплошность, шероховатость, твердость, жаростойкость и износостойкость.

Результаты исследований показали, что использование дисперсионно-твердеющих материалов систем Ti-Zr-C и Ti-Nb-C с металлической связкой приводит к снижению эрозионной стойкости электрода-анода, улучшению массопереноса на подложку-катод и образованию сплошного покрытия (до 100%) с низкой шероховатостью, по сравнению с результатами электроискрового легирования стандартными электродами ВК8.

Полученные результаты рекомендованы к использованию при нанесении защитных упрочняющих покрытий на ответственные детали и узлы, работающие при повышенных температурах.

1. Левашов Е.А., Рогачев А.С., Курбаткина В.В., Максимов Ю.М., Юхвид В.И. Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. М.: МИСиС. 2011.

## **ЭПИТАКСИАЛЬНЫЙ РОСТ ПЛЕНОК ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ NiAl И Ni<sub>3</sub>Al (МОЛЕКУЛЯРНАЯ ДИНАМИКА)**

Прижимов А.С.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
andreypriz@mail.ru*

Методом молекулярной динамики исследованы закономерности роста пленок твердых растворов состава 50 ат. % Ni – 50 ат. % Al и 75 ат. % Ni – 25 ат. % Al на подложках того же состава и на подложке (001)Al. Подложки (001)Al, (001) и (110)NiAl и (001)Ni<sub>3</sub>Al моделировали в виде расчетных ячеек, состоящих из 8 атомных плоскостей, содержащих от 900 до 1250 атомов (в зависимости от подложки). Во взаимно перпендикулярных направлениях, лежащих в плоскости подложки, на систему накладывали периодические граничные условия.

Молекулярно-динамический процесс конденсации пленок моделировали последовательным нанесением атомов Ni и Al с заданной концентрацией в случайно расположенные на поверхности подложки места порциями в 1 ML. После нанесения каждой порции проводили статическую релаксацию системы, а затем атомам пленки и подложки задавали начальные скорости в соответствии с распределением Максвелла при заданной температуре и проводили изотермические отжиги гетеросистемы в течение  $150000\Delta t$  ( $\Delta t=1,5\times 10^{-15}$  с), т.е. продолжительность каждого МД-отжига составляла  $2,25\times 10^{-10}$  с.

Методика молекулярно-динамического расчета состояла в численном интегрировании уравнений движения атомов с временным шагом  $\Delta t$  по алгоритму Верле [1]. Взаимодействие между атомами описывали с использованием многочастичных потенциалов, рассчитанных в рамках метода погруженного атома [2].

Отработана методика получения гомоэпитаксиальных пленок твердых растворов в условиях молекулярного динамического моделирования. Получена пленка упорядоченного твердого раствора NiAl со структурой

типа CsCl (рис. 1). Обсуждается проблема упорядочения твердого раствора с образованием  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

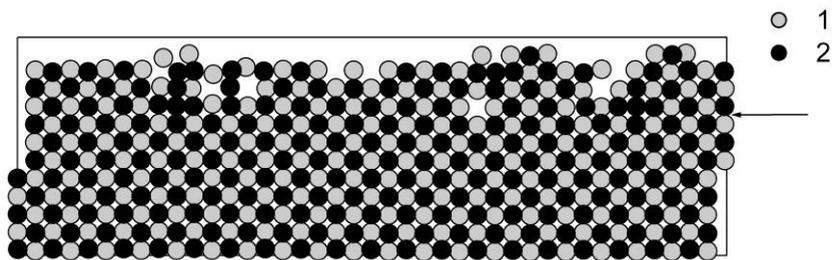


Рисунок 1 – Проекция двух соседних плоскостей (001) системы  $\text{NiAl}/(110)\text{NiAl}$ , стрелкой обозначена граница подложка – конденсируемая пленка, 1 – Ni, 2 – Al

Установлены закономерности формирования пленки твердого раствора состава  $\text{Ni}_3\text{Al}$  на подложке (001) Al. В этой системе происходит смещение параметра кристаллической решетки твердого раствора в сторону параметра кристаллической решетки Al, обеспечивающее когерентное сопряжение решеток пленки и подложки.

*Автор благодарит научного консультанта академика РАН Иевлева В.М. и д.ф.-м.н. Евтеева А.В.*

*Работа поддержана грантом РФФИ №11-08-01257.*

[1] Verlet L. // Phys. Rev. – 1967. – Vol.159. – P. 98-103.

[2] Mishin Y, Mehl MJ, Papaconstantopoulos DA. // Phys Rev. – 2002. – Vol.65. – P.224114.

### ПОЛУЧЕНИЕ НАНО - И МИКРОРАЗМЕРНЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ АЛМАЗНЫХ ЧАСТИЦ И ПЛЕНОК С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЛИМЕРОВ - ПРЕДШТВЕННИКОВ АЛМАЗНОЙ ФАЗЫ

Седов В.С.<sup>1</sup>, Сизов А.И.<sup>2</sup>, Ральченко В.Г.<sup>1</sup>, Звукова Т.М.<sup>2</sup>, Хомич А.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва

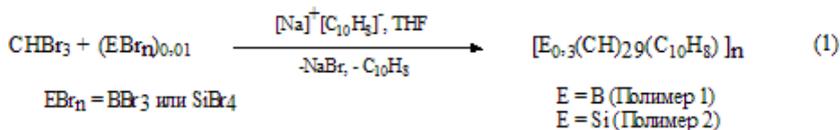
<sup>2</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва  
sedovvadim@yandex.ru

Легированные алмазные пленки (ЛАП), обладающие проводимостью различных типов, являются важнейшими компонентами для создания углеродных полупроводников. Известным методом получения ЛАП служит газофазный синтез алмазных пленок (CVD-процесс),

осуществляемый в присутствии соответствующих легирующих добавок, причем корректное введение таких добавок в газовую фазу реактора и поддержание их требуемой концентрации в ходе CVD-процесса часто представляет собой весьма сложную задачу.

Нами показано, что ЛАП могут быть получены с использованием полимера - предшественника алмазной фазы, в который легирующий элемент может быть предварительно химически зашит еще на стадии синтеза. При нагревании такой полимер трансформируется комплексный углеродный материал, содержащий как наноалмазные частицы, служащие зародышами алмаза при CVD - осаждении алмазной пленки, так и легирующий элемент, который интегрируется в структуру растущей алмазной пленки.

Использованные в экспериментах полимеры – предшественники алмаза ряда поли(нафталингидридокарбина) [1] были получены по реакции (1). В качестве модельных легирующих элементов были использованы В и Si, которые вводились (в виде  $BBr_3$  и  $SiBr_4$ ) в ходе синтеза полимеров в соотношении 1 атом В или Si на 100 атомов  $sp^3$ -углерода.



По данным анализа, содержание легирующих элементов в полученных полимерах 1 и 2 составляло, соответственно, В - 0,65 % ат. и Si - 0,57 % ат. по отношению содержанию углерода. Полимеры 1 и 2 были использованы для синтеза ЛАП в соответствии со схемой.



Полимеры наносили на медные (для ЛАП-Si) или кремниевые (для ЛАП-B) подложки, подвергали термообработке в атмосфере аргона, а полученные образцы помещали в плазмохимический реактор синтеза алмаза. Рост проводили в плазме СВЧ разряда (2,45 ГГц) в смесях метан-водород на установке ARDIS-100. Время осаждения - до 2 часов, размеры отдельных кристаллитов 150-1000 нм, толщина сплошных пленок 2 - 3 мкм. Структура кристаллитов и пленок исследована методами РЭМ и спектроскопии КР. Для ЛАП-B обнаружен рост удельной

электропроводности по сравнению с нелегированной АП. В спектрах фотолюминесценции ЛАП-Si присутствует пик на длине волны 738 нм, обусловленный свечением центров Si-вакансия. Таким образом, подтверждено вхождение атомов Si в решетку алмаза.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 10-03-00943-а и 12-03-00857-а.*

[1] Седов В.С., Ральченко В.Г., Хомич А.А., Сизов А.И., Звукова Т.М., Конов В.И. Стимулирование с помощью слоя полимера нуклеации алмаза при осаждении алмазных пленок на кремнии в микроволновой плазме // Сверхтвердые материалы, 2012, № 1. с.49-57.

## **ТОНКИЕ ПЛЕНКИ СО СТРУКТУРОЙ ПИРОХЛОРА: ПОЛУЧЕНИЕ ИЗ РАСТВОРОВ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ**

Харченко А.В., Иванов А.С., Панов Ю.М., Григорьев А.Н., Кауль А.Р.

*МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва*

*kharchenko.andrey@gmail.com*

Цирконат и гафнат лантана со структурой пирохлора могут использоваться в качестве буферного слоя в технологии производства высокотемпературных сверхпроводящих лент второго поколения. Для этого нужно получить тонкие пленки, толщина которых лежит в области от десятков до сотни нанометров. Их длина должна быть существенной (от 100 м), для чего необходимо особенно тщательно выбирать способ нанесения, позволяющий, кроме того, наносить покрытия подходящего качества и с наименьшими затратами.

В работе выбран растворный метод получения пленок (метод погружения подложки в раствор, dip coating). В качестве подложки использована биаксиальнотекстурированная в направлении  $\langle 001 \rangle$  металлическая лента Ni-5%W (Evico). Рабочие растворы готовили в пропановой кислоте, растворяя в ней оксид или ацетилацетонат лантана и ацетилацетонат циркония ( $Zr(acac)_4$ ) или ацетилацетонат гафнила ( $HfO(acac)_2$ ). Для изучения свойств используемых растворов измерялась зависимость вязкости (одного из ключевых параметров в растворных методах нанесения покрытий) от температуры. Методом термогравиметрии упаренного раствора определена область температур основной потери массы и область перехода вещества в оксид, что использовано при выборе температуры предотжига нанесенной из раствора прекурсорной пленки и температуры окончательного текстурирующего отжига.

Качество полученных оксидных пленок ( $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$  и  $\text{La}_2\text{Hf}_2\text{O}_7$ ) было охарактеризовано рядом физико-химических методов анализа. Для оценки толщин применялись разновидности растровой электронной микроскопии (cross section) и СтратаГем – определение толщины по данным рентгеноспектрального микроанализа. С помощью методов рентгеновской дифракции (РФА,  $\phi$ -сканирование, кривые качания) и дифракции обратноотраженных электронов оценены фазовый состав пленки, степень текстурирования и разориентации кристаллитов.

На основу из полученных оксидов методом *CVD* проведено осаждение высокотемпературного сверхпроводника  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . Показано, что такого типа оксидные архитектуры способны демонстрировать сверхпроводящие свойства и могут быть использованы в практических применениях.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №12-03-00754-а, а также ЗАО «СуперОкс»*

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

### ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ TiNiCu, ПОЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОСКОРОСТНЫМ ГАЗОПЛАМЕННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ

Русинов П.О., Балаев Э.Ю., Бледнова Ж.М.

*Кубанский государственный технологический университет, Краснодар  
ruspiter5@mail.ru, blednova@mail.ru*

Известно, что легирование TiNi различными элементами периодической системы является перспективным для разнообразного применения. Среди сплавов на основе TiNi, легированных третьим компонентом, особое место занимают сплавы TiNiCu, отличающиеся способностью многократного восстановления формы при термоциклировании. Результаты исследований по влиянию наноструктурированных поверхностных слоев, полученных плазменным напылением механоактивированного порошка TiNi, NiAl, на функционально-механические свойства изделий показали целесообразность их использования для изделий машиностроительного назначения. В настоящее время одним из перспективных методов формирования покрытий является высокопроизводительный метод высокоскоростного газопламенного напыления (ВГН). Цель настоящей работы заключается в исследовании функционально механического поведения сталей с поверхностно-модифицированным слоем TiNiCu, сформированным ВГН.

Процесс ВГН порошков TiNiCu с содержанием меди 5 и 10 % (Ti51Ni44Cu5, Ti49Ni41Cu10) осуществлялся на установке GLC с использованием в качестве горючего газа смеси метана и кислорода и транспортирующего газа аргона. Измельчение и механоактивация порошков производилась в шаровой мельнице АГО-2У до оптимального гранулометрического состава 0,9-7,5 мкм. Оптимизированы основные параметры ВГН: расход метана 70-75 л/мин, кислорода 150-160 л/мин. Полный цикл обработки включает: ВГН, вакуумный отжиг и ППД обкаткой. После полного цикла обработки основными структурными составляющими поверхностного слоя при комнатной температуре являются: аустенитная B2-фаза с кубической решеткой, маргенситная фаза B19', медь, оксиды титана, количество которых регулируется содержанием кислорода в составе горючего газа.

На рис.1 представлены наноразмерные структуры TiNiCu, полученные высокоскоростным газопламенным напылением.

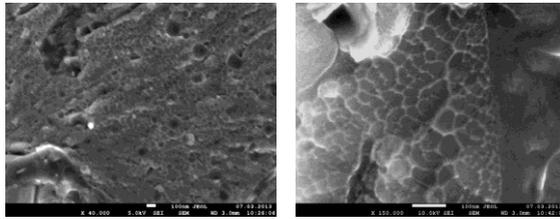


Рисунок 1 – Наноразмерные покрытия TiNiCu, полученные высокоскоростным газопламенным напылением

Сформированные поверхностные слои представляют собой слоистый материал, состоящий из сильно деформированных частиц диаметром 5-10 мкм и толщиной 0,5-1 мкм, соединенных между собой по контактными поверхностями. Адгезионная прочность покрытия составляет более 60 МПа. Структура покрытия неоднородная с размером зерен  $20 \div 200$  нм. Для всех исследованных образцов наблюдается повышенное значение микротвердости  $H_{\mu} = 8,0 - 13,5$  ГПа. Оценка сопротивления изнашиванию поверхностного слоя TiNiCu по величине убыли массы при сухом трении втулки из стали У10 о поверхность образца толщиной 1 мм при скорости вращения 1500 об/мин и нагрузке 300 Н показала увеличение износостойкости после ВГН на 50-70 %, а после полного цикла обработки ~ в 2,5 раза., а при фрикционно-усталостном нагружении (пат. № 2140066) в  $3 \div 3,2$  раза. Испытания образцов из стали 45 с поверхностно-модифицированным слоем TiNiCu в условиях многоциклового нагружения при изгибе с вращением показали повышение предела выносливости на воздухе до 390 МПа, (на 40% превышает предел выносливости нормализованной стали 45) и значительное повышение циклической долговечности в условиях воздействия NaCl при чистом изгибе.

Таким образом, наноструктурированные поверхностные слои TiNiCu повышенной твердости, в сочетании с повышенным сопротивлением коррозии, оказывают существенное влияние на эксплуатационные свойства, обеспечивая уникальное сочетание сопротивления усталости, износу и коррозионной стойкости.

## СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК Ag-Cu

Босых М.А.<sup>1</sup>, Кущев С.Б.<sup>1,2</sup>, Антонова М.А.<sup>1</sup>, Канькин С.В.<sup>1,2</sup>,  
Солдатенко С.А.<sup>2</sup>, Лукин О.А.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный технический университет, Воронеж

<sup>2</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>3</sup>Московский институт инженеров транспорта (Воронежский филиал),  
Воронеж

*rileme@mail.ru*

Методами рентгеновской дифрактометрии, сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования проведены исследования фазового состава, морфологии поверхности и механических свойств пленочных гетероструктур Ag-Cu.

Пленки Ag - Cu толщиной  $\sim 1$  мкм получали термическим испарением и конденсацией в вакууме  $5 \cdot 10^{-4}$  Па соответствующих металлов из двух источников на поверхность термически окисированных пластин (111) Si со слоем оксида толщиной около 0,5 мкм при температуре подложек  $T_{\text{П}}=300\text{--}600$  К и скорости конденсации около 30 нм/с. Часть образцов была подвергнута термическому отжигу (ТО) в вакууме  $5 \cdot 10^{-4}$  при температуре 400-700 К в течение 10 мин.

Установлено, что в процессе совместной конденсации металлов на подложке при  $T_{\text{П}}=300$  К формируются нанокристаллические пленки, содержащие твердый раствор Cu в Ag и твердый раствор Ag в Cu неравновесной концентрации: содержание Cu в твердом растворе Ag-Cu составляет 30 ат.%, а Ag - 17 ат. %, что значительно превышает равновесные пределы растворимости для данной системы. Высокая плотность центров зарождения фаз и низкая подвижность атомов при этой температуре обуславливают высокую дисперсность пленки. Размер кристаллитов составляет от 5 до 15 нм. Увеличение  $T_{\text{П}}$  до 600 К приводит к образованию двухфазной пленки, содержащей фазы Ag и Cu с параметрами решетки близкими к табличным данным, что отражает ее приближение к равновесному состоянию. ТО пленок, полученных при  $T_{\text{П}}=300$  К, в исследованном интервале температур, так же приводит к расслоению на фазы Cu и Ag.

Исследование морфологии поверхности показало, что пленки, полученные при  $T_{\text{П}}=300$  К, имеют однородный рельеф и шероховатость поверхности не превышает 15 нм. Увеличение  $T_{\text{П}}$ , а также отжиг пленок приводит к увеличению шероховатости поверхности. Для пленок, полученных на нагретых подложках или прошедших ТО, структурные элементы каждой из фаз (Ag и Cu) сегрегированны в блоки, образуя островково-лабиринтное распределение фаз.

Установлено, что деформация образцов Ag-Cu в процессе наноиндентирования для всех исследуемых структур носит упругопластический характер. Пленки Ag-Cu, полученные в результате совместного распыления металлов, имеют твердость выше (3,2 ГПа), чем у однофазных пленок Ag (1,3 ГПа) и Cu (1,8 ГПа). Отжиг исходных пленок Ag-Cu в интервале температур 400-700 К приводит к уменьшению твердости от 2,9 ГПа до 1,9 ГПа, что связано с одной стороны с образованием фаз Cu и Ag, а с другой – с увеличением размера зерен. Процесс пластического вдавливания индентора сопровождается выходом материала пленки у края индентора и образованием валика, ширина и высота которого зависит от размера зерен пленки. Показано, что уменьшение размера зерен приводит с одной стороны к уменьшению высоты, а с другой к увеличению ширины валика. Это может быть связано с тем, что в металлических наноструктурах проявление дислокационного механизма внутризеренной деформации лимитируется эффектом размера зерен и при малых размерах зерен доминирует процесс межзеренного проскальзывания.

По методу Стоуни произведена оценка механических напряжений ( $\sigma$ ) в пленках Ag-Cu: при толщине пленки  $\sim 1,2$  мкм  $\sigma = 24,9$  МПа. Показано, что изотермический отжиг приводит к снижению величины напряжения.

*Работа поддержана грантом РФФИ №11-08-01257-а.*

## **ОСОБЕННОСТИ ТЕРМООКСИДИРОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР $V_xO_y/InP$ , СФОРМИРОВАННЫХ МЯГКИМ И ЖЁСТКИМ МЕТОДАМИ**

Бурцева Н.А., Сладкопевцев Б.В., Миттова И.Я., Томина Е.В.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
dp-kmins@yandex.ru*

Состав и свойства плёнок, синтезируемых хемостимулированным термоокислением InP, определяются физико-химической природой и способом введения хемостимулятора в систему – через газовую фазу или непосредственно на поверхность полупроводника. В последнем случае используют две группы методов – жёсткие (магнетронное распыление, электровзрыв), воздействующие на поверхность еще до начала термоокисления, и мягкие (золь-гель процессы, низкотемпературные МОСVD и т.д.), практически не изменяющие ее при модифицировании. Физико-химические свойства  $V_2O_5$  позволяют использовать любой из перечисленных методов. Мобильность же перехода ванадия из одной степени окисления в другую обуславливает возможность реализации как

транзитного, так и каталитического механизмов термоокисидирования структур  $V_xO_y/InP$ .

Для нанесения островков (80-150 нм) и наноразмерных слоёв (10-20 нм) хемостимулятора на поверхность предварительно подготовленных пластин фосфида индия использовали модифицированный метод электровзрыва полупроводника [1] и осаждение геля пентаоксида ванадия через аэрозольную фазу [2] соответственно. В последнем случае сформированные образцы термически отжигали при 300 °С, 120 мин. Термоокисидировали синтезированные образцы и эталоны InP в атмосфере кислорода (установка МТП-2М-50-500, ОВЕН ТРМ-10,  $\pm 1$  °С) при 480 – 580 °С. Толщины пленок до и после окисидирования структур, определенные экспресс-методом лазерной эллипсометрии (ЛЭФ-754), составляли от 10 до 100 нм.

На основании совокупности данных лазерной эллипсометрии, Оже-электронной спектроскопии (ЭСО-3 с анализатором DESA-100), рентгенофазового анализа (РФА, Thermo-scientific ARL X'tra) установлено, что окисидирование поверхности InP с наноструктурами  $V_2O_5$ , нанесёнными методом электровзрыва проводника, протекает в два этапа. Наибольшее воздействие островков проявляется на начальном (в среднем до 10 минут) этапе и состоит в ускорении (от 50 до 80%) роста пленок по сравнению с собственным и уменьшении практически на порядок ЭЭА (60 кДж/моль против 280 кДж/моль), что доказывает синхронный каталитический механизм процесса.

Модифицирование поверхности InP гелем пентаоксида ванадия определяет транзитный механизм одноэтапного процесса окисидирования структур (ЭЭА 210 кДж/моль), большую вариабельность состава (РФА) и морфологии сформированных пленок (сканирующая туннельная микроскопия, СТМ, НТК «УМКА») по сравнению с модифицированной наноструктурами хемостимулятора поверхностью полупроводника.

Морфология поверхности окисидированных структур  $V_xO_y/InP$  зависит от метода нанесения хемостимулятора и параметров термоокисидирования и её результаты являются ещё одним подтверждением механизма окисидирования. Наиболее интенсивному изменению при термоокисидировании наноструктурных структур поверхность InP подвергается на начальном этапе (СТМ), что согласуется с кинетическими данными и отвечает каталитическому механизму окисидирования на данном этапе.

#### Литература

1. Влияние наноструктур  $V_2O_5$  на состав и структуру поверхности InP в процессе термоокисидирования / И.Я. Миттова, Б.В. Сладкопевцев, Е.В.

Томина, А.И. Донцов // Неорганические материалы. – 2011. – Т. 47, № 8. – С. 901-906.

2. Формирование пленок оксидов ванадия на поверхности InP в мягких условиях и термоокисидирование полученных структур / Б.В. Сладкопеев, И.Я. Миттова, Е.В. Томина, Н.А. Бурцева // Неорганические материалы. – 2012. – Т. 48, № 2. – С. 205-212.

*Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ № 13-03-00705-а*

**СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ГЕТЕРОСТРУКТУРЫ  $TiO_2/TiSi_2/Si$**   
Возгорьков А.М.<sup>1,2</sup>, Безрядин М.Н.<sup>1</sup>, Канныкин С.В.<sup>1</sup>, Кущев С.Б.<sup>1,2</sup>  
<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж  
<sup>2</sup>Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
*rnileme@mail.ru*

Целью данной работы - синтез нанокристаллических пленок  $TiO_2$  с проводимостью р-типа.

Методами рентгеновской дифракции и ПЭМ проведены исследования фазового состава и структуры гетероструктур, образующихся в процессах ТО и ИФО в атмосфере кислорода, воздуха и азота пленок Ti на поверхности монокристаллических пластин кремния. Электрофизические свойства гетероструктур изучали методами вольт-амперных и вольт-фарадных (на частоте 100 kHz) характеристик при комнатной температуре.

В качестве объектов исследования выбрана следующая гетероструктура: Al/пленка  $TiO_2$ /пленка силицида Ti/Si-р. При выборе исходили из практической важности гетероструктуры  $TiO_2$ /силицид Ti в современной технологии БИС, СБИС и простоты определения типа проводимости пленок  $TiO_2$ . Для создания такой гетероструктуры пленки Ti различной толщины наносили на поверхность кремния КДБ-10 (111) и КЭФ- 4,5 (001) методом магнетронного распыления мишени титана марки ВТ-1-00 в атмосфере аргона ( $p=0,5$  Па) при комнатной температуре подложки на установке «Оратория-29». Синтез пленок оксидов титана проводили методом термического отжига (ТО) и импульсной фотонной обработкой (ИФО) излучением ксеноновых ламп в среде воздуха, кислорода и азота. ИФО проводили в атмосфере воздуха и в среде азота в течение 2,0 с, при этом плотность энергии излучения, поступающего на поверхность образца составляла  $E_{и}= 220$  Дж·см<sup>-2</sup>.

Исследование методом ПЭМ поперечного сечения гетероструктуры  $TiO_2/TiSi_2/Si$  сформированной ИФО, показало, что гетероструктура состоит из трех слоев: верхний слой имеет столбчатую структуру, дальше

идет слой с мелкодисперсной структурой, на границе первого и второго слоя образуются поры. Нижний слой, находящийся на границе с кремнием, имеет крупнокристаллическую структуру.

Методом рентгеновской дифрактометрии было установлено, что гетероструктуры, полученные в результате ИФО, содержат кроме фаз  $\text{TiO}_2$  (рутил),  $\text{TiSi}_2(\text{C49})$  и  $\text{TiSi}_2(\text{C54})$  еще фазы  $\text{TiO}_2$  (анатаз) и  $\text{TiO}$ . Анализ картин микродифракции показал, что верхний слой со столбчатой структурой соответствует рутилу, крупные зерна, нижнего слоя принадлежат силицидам  $\text{TiSi}_2(\text{C49})$  и  $\text{TiSi}_2(\text{C54})$ .

Для гетероструктур, синтезированных в результате ИФО на воздухе и ТО на воздухе с последующей ИФО в среде азота, ВАХ являются симметричными относительно координат при разных полярностях напряжений (т.е. p-n переход отсутствует) и ток протекающий через гетероструктуры изменялся от  $10^{-5}$  А до  $10^{-4}$  А и от  $10^{-3}$  А до  $10^{-2}$  А, соответственно. Такое поведение обусловлено образованием пленок, содержащих фазы  $\text{TiO}_2$  и оксинитридов титана при данных условиях формирования. Обнаруженные закономерности указывают на то, что наиболее вероятным способом создания технологических приемов легирования рутила к проводимости p-типа является оксидирование в присутствии азота.

ВАХ гетероструктур  $\text{TiO}_2/\text{TiSi}_2(\text{C54})/p\text{-Si}$  являются симметричными относительно координат при разных полярностях напряжений, а ВАХ гетероструктур  $\text{TiO}_2/\text{TiSi}_2(\text{C54})/n\text{-Si}$  характерны для гетероструктур с потенциальным барьером в переходной области. Полученные результаты однозначно свидетельствуют о том, что пленки  $\text{TiO}_2$ , синтезированные методом ИФО на воздухе, имеют проводимость p-типа.

*Работа поддержана грантом РФФИ (11-03-12140-офи-м-2011).*

## **ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ $\text{ZnSe}/\text{ZnS}$ И $\text{CdSe}/\text{ZnSe}$**

Джафаров М.А.

*Бакинский государственный университет, Баку, Азербайджан*

Наночастицы халькогенидных полупроводников являются перспективными материалами для оптоэлектроники, для создания солнечных элементов, высокоскоростных устройств. Эти материалы могут применяться в катализе, медицине как биомаркеры, а также в других отраслях наноиндустрии. Существуют различные методы формирования наночастиц халькогенидных полупроводников. Одним из перспективных методов формирования наночастиц халькогенидных полупроводников является послойная хемосорбция ионов. С помощью

этого метода были получены наночастицы сульфида цинка в объеме полимерной матрицы. Достоинство этого метода состоит в том, что изменяя концентрацию, температуру и другие параметры кристаллизационной среды можно управлять параметрами растущих наноструктур. Одним из важных классов материалов являются наноструктуры типа ядро-оболочка. Структуры такого типа пока достаточно не исследованы. Такие структуры можно создать путем ионного обмена. При этом важно контролировать концентрацию растворов. Существенным достижением нанотехнологий является создание низкоразмерных полупроводниковых структур с пространственным ограничением носителей заряда. Такие регулярные упорядоченные структуры могут формироваться при периодическом прерывании процесса роста полупроводника, осаждаемого на поверхность подложки. Для этого класса материалов характерно как получение наночастиц, так и гетероструктур на основе соединений типа халькогенидов переходных металлов. Наряду с физическими способами получения таких систем продолжают активно развиваться и совершенствоваться методы химического синтеза на основе коллоидных систем, гидролизной обработки и др.

Одной из главных сторон решения проблемы синтеза  $Zn_xCd_{1-x}Se$  является выбор тонкопленочной технологии. Серийное производство и широкое применение детекторов возможно при условии, что методы их получения будут отличаться простотой, низкой стоимостью, высокой воспроизводимостью характеристик, способностью к проведению целенаправленного синтеза. К их числу следует отнести химическое осаждение из водных растворов.

Однако к настоящему времени практически отсутствуют публикации по физико-химическим закономерностям гидрохимического осаждения пленок селенида цинка и твердых растворов  $Zn_xCd_{1-x}Se$ , до конца не исследованы их структура, состав, условия сенсibilизации и фотоэлектрические свойства. Одним из простых и удобных технологических приемов гидрохимического синтеза  $Zn_xCd_{1-x}Se$  является послойное осаждение индивидуальных селенидов кадмия и цинка с последующей термообработкой полученных сэндвич-структур для обеспечения условий формирования твердых растворов.

Применение химически осажденных тонких пленок халькогенидов металлов в качестве материалов химических сенсоров представляет значительный интерес для сенсорной техники. В качестве исходных реактивов для получения комплексов и сульфоселенидов цинка, как на поверхности пористого стекла, так и в растворе использовались следующие основные реактивы: цинк азотнокислый  $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  (чда),

селеномочевина  $CSe(NH_2)_2$  (осч), водный раствор аммиака  $NH_3 \cdot H_2O$  (чда). Исходные растворы готовились с концентрациями 0.1, 0.5M на дистиллированной воде. pH растворов измеряли на pH-метре марки pH-340 с точностью  $\pm 0.01$  ед. Для синтеза полупроводниковых пленок сульфида цинка, в том числе легированного йодистым аммонием, твердого раствора замещения  $ZnS_{1-x}Se_x$  использовались следующие реактивы: цинк уксуснокислый  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$  (осч), селеномочевина  $CSe(NH_2)_2$  (осч), 25% водный раствор аммиака  $NH_3 \cdot H_2O$  (чда). Для получения реакционных смесей служили 2.0, 1.5, 1.0M растворы реагентов, приготовленные на дистиллированной воде. В качестве материала подложки использовали пористое стекло марки ДВ-1 размером 20x15 и толщиной 1 мм. Для получения пленок поверхность подложки обезжиривали при комнатной температуре 0.1M раствором горячей соляной кислоты в течение суток, после чего неоднократно промывали дистиллированной водой. С целью получения воспроизводимых результатов при составлении реакционных смесей придерживались строго определенного порядка сливания реагентов. Растворы комплексов цинка и замещающего металла готовились отдельно и сливались вместе перед добавлением в реактор тиомочевины. Скорость изменения толщины нанопленки от времени важна как для построения количественной теории химического осаждения, так и для практики. Зная скорость химической реакции осаждения, варьируя глубину ее протекания и установив механизм формирования пленки на твердой поверхности, можно влиять на толщину образующейся пленки. В свою очередь, термическая стабильность нанокристаллических пленок определяет рабочий температурный интервал устройств, работающих на их основе. В связи с этим целью работы являлось изучение кинетики роста нанокристаллических пленок и определение области их термической стабильности. В качестве материала нанопленки был выбран сульфид кадмия. Пленки  $ZnS_{1-x}Se_x$  были получены химическим осаждением из водных растворов при температуре 325 К. Осаждение пленок проводилось на силикатное стекло. Структурными и оптическими методами была детально исследована кинетика роста нанопленок  $ZnS_{1-x}Se_x$ . Так, методом интерферометрии показано, что толщина пленки в 30 нм достигается за время осаждения около 45 минут. Прозрачность полученных нанопленок была исследована на спектрофотометре в интервале длин волн от 320 до 3100 нм. Согласно оптическим спектрам пропускания, на начальных этапах осаждения наблюдается просветление системы «стекло – нанокристаллическая пленка  $ZnS_{1-x}Se_x$ » в области длин волн более 2700 нм. Однако после 70 минут осаждения абсорбция  $ZnS_{1-x}Se_x$  в диапазоне 2700-3100 нм резко увеличивается, что приводит к

уменьшению интенсивности пропускания. Согласно оптическим спектрам пропускания, при отжиге пленки край области поглощения пленки сдвигается в коротковолновую область, что обусловлено, по-видимому, окислением пленки на воздухе.

В настоящей работе синтезированы и исследованы полупроводниковые наночастицы «ядро-облочка» CdSe/ ZnSe и ZnS/ZnSe. Квантовые точки CdSe/ZnSe относятся к типу I (ядро покрыто тонкой оболочкой более широкозонного полупроводника), в котором реализуется увеличение квантового выхода люминесценции за счёт пассивации поверхностных состояний. Гетероструктура CdSe/ZnSe относится к типу II (края зон материалов ядра и оболочки сдвинуты друг относительно друга), в котором реализуется пространственное разделение зарядов. КТ CdSe/ZnSe интересны как материалы для лазеров, положение полосы люминесценции для них может варьироваться в широком диапазоне красной области спектра. Цель работы состоит в оптимизации квантового выхода КТ в различных областях видимого диапазона и создании эффективно люминесцирующего прозрачного материала с заданными спектральными характеристиками

Показано, что рост оболочки ZnSe толщиной 0,4 нм на ядрах CdSe диаметром 3 нм приводит к 4-кратному увеличению квантового выхода люминесценции и сдвигу полос поглощения и эмиссии на 20 нм в красную область. Для КТ CdSe/ZnSe измерен квантовый выход относительно флуоресцеина, который составил ~ 40%. Установлено, что при росте оболочки коэффициент экстинкции КТ CdSe/ZnSe в коротковолновой области линейно зависит от количества внесённого прекурсора.

В работе синтезирована гетероструктура «ядро-оболочка» ZnS/ZnSe. Спектры поглощения и эмиссии свидетельствуют об её принадлежности к типу II. Сдвиг экситонной полосы люминесценции составил 90 нм.

Синтезирован прозрачный люминесцирующий композит КТ CdSe/ZnSe – ПММА, по спектральным свойствам близкий к исходным КТ. С помощью ПЭМ показано, что квантовые точки образуют агломераты в матрице ПММА, их размер зависит от концентрации введённых квантовых точек.

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Al-Cr-Si-Ti-Cu-N

Дитенберг И.А.<sup>1,2</sup>, Березовская В.Р.<sup>2</sup>, Денисов К.И.<sup>1,3</sup>, Пинжин Ю.П.<sup>1,3</sup>,  
Коротаев А.Д.<sup>1,2,3</sup>, Романов В.Я.<sup>2</sup>, Борисов Д.П.<sup>2</sup>, Тюменцев А.Н.<sup>1,2,3</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>2</sup>Сибирский физико-технический институт, Томск

<sup>3</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
Томск

*ditenberg\_i@mail.ru*

Методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей и растровой электронной микроскопии проведено предварительное исследование влияния режимов напыления на механизмы формирования, особенности элементно-фазового состава, параметры микроструктуры и уровень прочностных свойств наноструктурных многокомпонентных покрытий системы Al-Cr-Si-Ti-Cu-N.

Покрытия получены на плазменном магнетронно-дуговом комплексе «Спрут» с одновременным использованием мишеней (катодов) из Ti, Cu, сплавов Al-Si и Al-Cr-Si при различных величинах постоянного и импульсного напряжения смещения.

Установлено, что при использовании постоянного напряжения смещения в интервале от 100 до 300 В толщина получаемых покрытий изменяется в диапазоне (1÷2) мкм. Такое же по продолжительности напыление, при использовании импульсного напряжения смещения (100 - 300 В, частотой 5 кГц), обеспечивает толщину покрытий до 4 мкм. В первом случае поверхность покрытий представлена сглаженным рельефом, в то время как полученные при импульсном напряжении смещения покрытия характеризуется существенной шероховатостью. Показано, что данная особенность связана с формированием ярко выраженной столбчатой структуры, характеризуемой диаметром столбцов от 0,5 до 2 мкм. Обнаружено, что как параметры такой столбчатой структуры, так и плотность пор по границам столбцов существенным образом зависят от расстояния до подложки.

Микротвердость получаемых покрытий достигает 25 ГПа, что значительно превышает значения используемых подложек из твердых сплавов (BK-60M, T15K6) и нержавеющей стали.

Определены температурные интервалы, обеспечивающие реализацию условий достижения оптимальных параметров адгезии при увеличении толщины изучаемых в работе покрытий. Анализируется влияние температуры на процессы их зарождения, формирования и роста.

Методом энергодисперсионного анализа проведено качественное и полуколичественное определение элементного состава изучаемых

покрытий в зависимости от режима напыления. Сложный вид рентгенограмм с высоким уровнем фона, характерным размытием, смещением и уширением пиков свидетельствует о формировании рентгеноаморфного состояния.

Фазовый состав на основе данных электронографического анализа методом просвечивающей электронной микроскопии свидетельствует о выделении фаз на основе TiN, AlN, CrN и CuO. Установлено, что характерные размеры кристаллитов выделяющихся фаз лежат в интервале от 3 до 10 нм. На фоне однородного наноструктурного состояния редко наблюдаются области (100-300 нм) предположительно капельной фракции, с повышенным содержанием меди. Частицы в таких участках достигают размеров до 20 нм.

Обсуждается влияние условий осаждения на механизмы зарождения и роста покрытий, параметры формирующейся микроструктуры и особенности элементно-фазового состава.

*Исследования проведены на оборудовании Томского материаловедческого центра коллективного пользования Томского государственного университета и центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН*

## **ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНИДОВ МЕДИ, РАСТУЩИХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ**

Колосов В.Ю., Селенских Я.А., Юровских А.С.  
*Уральский федеральный университет, Екатеринбург*  
*yaroslava.selenskih@usu.ru*

В последнее время наблюдается рост числа работ, посвященных синтезу и исследованиям нитевидных наноструктур. В данной работе особенности образования таких структур в тонких плёнках исследуются методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Тонкие (20-100 нм) плёнки селена получали термическим напылением в вакууме на слюду с подслоем углерода и после отделения от подложки помещали на стандартные медные сеточки. С течением времени в этих пленках формируются различные нитевидные кристаллы, усы, ленты, разнообразных форм и размеров. Условно можно выделить несколько групп (на рис. 1 отмечено по 1 типичному кристаллу каждой группы):

1) прямые кристаллы (помечены на рисунке как S), имеют длину 2-11 мкм, ширину около 0,2 мкм, имеют большую толщину, чем другие кристаллы (темнее на снимке);

2) изогнутые кристаллы (В) – изгибаются от основания, более широкие и тонкие, чем прямые; длина 1,5-4 мкм, ширина 0,2-1,5 мкм, радиус изгиба от 0,4 (на кончике) до 3,3 мкм;

3) «крючки» (Н) – кристаллы, растущие от основания прямо, но на кончике загибающиеся в форме булавочной головки. Размеры 2-8 мкм, ширина прямой части около 0,2 мкм, изогнутой 0,4-0,5 мкм, радиус изгиба 0,26-1,70 мкм.

Также можно выделить: двоякоизогнутые кристаллы (F), малые вторичные кристаллиты (O), пучки игловидных кристаллов (N).

Первичное образование нитевидных кристаллов обнаружено в областях, где пленка Se соприкасается с медной сеточкой, т. е. их рост происходит в результате химического взаимодействия, сопровождаемого диффузией. Расшифровка некоторых микроэлектроннограмм (врезка на рис. 2) выявляет селенид меди (II) и селен в ориентировке  $\langle 001 \rangle$ . Для ПЭМ изображений нанотонких (20-100 нм) нитевидных кристаллов характерно наличие изгибных экстинкционных контуров (рис. 2), свидетельствующих о существенном внутреннем искривлении кристаллической решётки (не связанного с изгибом кристалла как целого) вокруг осей, лежащих в плоскости плёнки.

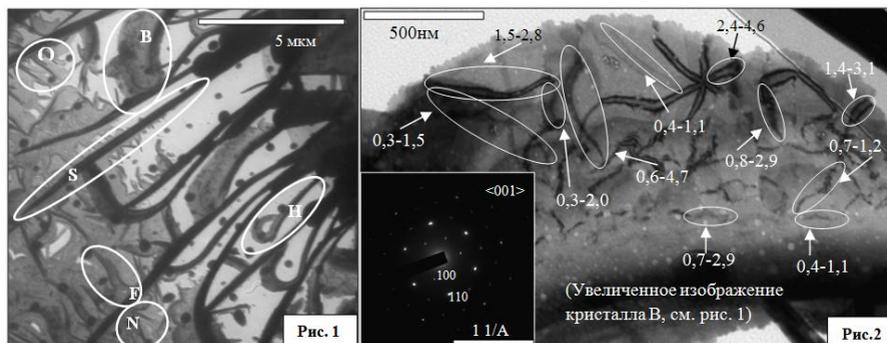


Рис. 1, 2. ПЭМ изображения исследуемой тонкой плёнки

Это необычное явление свойственно росту кристаллов в аморфных плёнках [1]. Оценки локального значения радиуса искривления решётки по расстояниям между контурами в паре  $hkl$  разного знака даёт значения от 5 до 0,3 мкм. На микроснимке рис. 2 выделены некоторые изгибные контуры и указан радиус изгиба решетки в месте расположения контуров (в мкм).

Причины, обуславливающие разнообразные виды искривлений и искажений растущих кристаллов, во многом неясны, и требуют дальнейших исследований.

[1] V.Y. Kolosov, A.R. Thölen, Acta Mat. 48 (2000) 1829.

*Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант 12-03-01118).*

## **ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НА ЭЛЕКТРОХРОМНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ОКСИДА ВОЛЬФРАМА**

Давыдова Е.А., Комлев А.А., Комлев А.Е., Шаповалов В.И.

*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет  
«ЛЭТИ», Санкт-Петербург  
komlevanton@hotmail.com*

Эффект электрохромизма известен более 40 лет [1]. На его основе разработаны многие технические устройства, в том числе зеркала, коэффициент отражения которых управляется электрическим полем [2]. В настоящее время интерес к этому эффекту обусловлен актуальностью энергосберегающих устройств и широким спектром применения [3].

В данной работе исследовано влияние условий осаждения на электрохромные свойства пленок  $WO_3$ . Электрохромное устройство (ЭХУ) изготовлено на подложке из поликора. В качестве нижнего электрода использована пленка Al. Электрохромный слой  $WO_3$  осажден методом реактивного магнетронного распыления на постоянном токе. В качестве источника протонов и одновременно верхнего электрода использовался 1M раствор серной кислоты, в которую погружался графитовый электрод контактного устройства. Процессы окрашивания и обесцвечивания осуществлялись подачей заданного значения постоянного напряжения определённой полярности к электродам ЭХУ.

При осаждении пленок  $WO_3$  за счет изменения плотности тока разряда и расстояния между мишенью магнетрона и подложкой скорость осаждения изменяли в диапазоне от 12 до 24 нм/мин. Время осаждения во всех случаях было одинаково. Все пленки  $WO_3$  в образцах ЭХУ, отличаясь по толщине, были рентгеноаморфными.

Электрохромные свойства пленок изучали по интегральному коэффициенту отражения  $\Delta R$  в диапазоне 420–920 нм. На рис. 1 приведены типичные спектры отражения ЭХУ с окрашенной (1) и неокрашенной (2) пленкой  $WO_3$ .

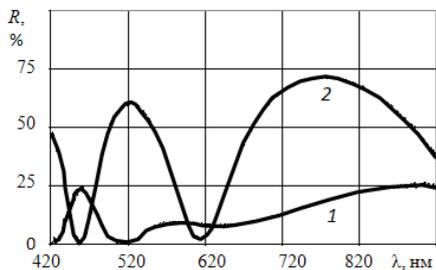


Рис. 1. Спектры отражения окрашенной (1) и обесцвеченной (2) пленки

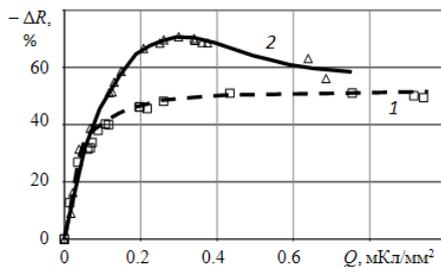


Рис. 2. Зависимость изменения интегрального коэффициента отражения ЭХУ от плотности инжектированного заряда

При изучении влияния инжектированного заряда  $Q$  на величину  $\Delta R$  были выявлены два типа зависимостей, показанных на рис. 2. В образцах, осажденных с меньшей скоростью, величина  $\Delta R$  уменьшается на 60 % (рис. 2, сплошная линия), причем эта зависимость имеет максимум. При большей скорости осаждения пленок величина  $\Delta R$  плавно уменьшается примерно до 50 %. Обнаруженное различие свойств пленок может быть связано как с увеличением концентрации кислородных вакансий при возрастании скорости осаждения, так и различием их толщины.

*Исследования проводятся при финансовой поддержке РФФИ (грант 12-03-00731-а).*

1. Deb S. K. // Appl. Opt. 1969. V. 8. P. 192-195.
2. Tajima K., Hotta H., Yamada Y. [et al] // Appl. Phys. Lett. 2012. V. 101. P. 251907 (3 pages).
3. Granqvist C.G., Lanseker P.C., Mlyuka N.R. [et al] // Sol. Energy Mater. Sol. Cells. 2009. V. 93. P. 2032–2039.

**ФОРМИРОВАНИЕ ЛЕГИРОВАННОГО ПАЛЛАДИЕМ  
ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА С  
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ И  
ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ**

Мейснер Л.Л.<sup>1</sup>, Миронов Ю.П.<sup>1</sup>, Лотков А.И.<sup>1</sup>, Ротштейн В.П.<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск  
<sup>2</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск  
*llm@ispms.tsc.ru, mup@ispms.tsc.ru*

Сплавы систем Ti-Ni и Ti-Ni-Pd в настоящее время хорошо изучены и находят широкое практическое применение благодаря своим особым термомеханическим свойствам. В то же время в материаловедении зачастую ставится задача создания тонких поверхностных слоёв с заданными физико-механическими и физико-химическими свойствами. В частности, актуальной является задача замещения в приповерхностном слое никелида титана атомов никеля атомами палладия. Для её решения предлагается магнетронное осаждение палладия и титана на поверхность никелида титана с последующей обработкой поверхности импульсными низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП).

Цель работы: изучить закономерности изменения структурно-фазовых состояний и; микродеформации кристаллической решетки в приповерхностном слое композиции TiNi-TiPd после многократного плавления импульсными НСЭП.

После электроэрозионной резки образцов, финишной термообработки и электрополировки, при комнатной температуре образцы сплава находились в состоянии из основной фазы со структурой B2 (ОЦК типа CsCl с параметром решётки  $a_0 = 0.3013$  нм, температурой  $M_H \approx 283$  К, что соответствует соотношению  $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$ ) и включений фазы со структурой типа  $Ti_2Ni$  (< 5%об.). Создание покрытия из смеси химических элементов (Ti/Pd) магнетронным методом и электронно-пучковую обработку поверхности проводили в ИСЭ СО РАН. Формирование легированного поверхностного слоя включало 3 последовательных этапа: 1) 20-импульсная обработка НСЭП длительностью до 3 мкс и плотностью энергии 5 Дж/см<sup>2</sup>; 2) магнетронное осаждение на поверхность сплава TiNi покрытий толщиной 100÷120 нм из лигатуры сплава PdTi эквиатомного состава; 3) 5- и 10-импульсная обработка НСЭП материала с покрытием в том же энергетическом режиме. Исследования проводили методами электронной Оже спектроскопии (ЭОС) на спектрометре «Шхуна» (ТПУ, Россия, ЦКП НИИ ЯФ и рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия, ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН) с использованием симметричной и асимметричной схем отражения, анодов Cu и Co.

Показано, что после первичной обработки импульсными НСЭП в никелиде титана формируется приповерхностный модифицированный слой без включений фазы  $Ti_2Ni$ . Кристаллическая решётка фазы В2 находится в деформированном состоянии: она растянута в касательном направлении и сжата вдоль нормали к плоскости поверхности. Слой текстурирован, ось текстуры  $\langle 100 \rangle_{B2}$  перпендикулярна поверхности образца. Размер областей когерентного рассеяния в этом слое максимален в направлении нормали к поверхности ( $>200$  нм), что предполагает игольчатую морфологию кристаллизовавшихся из расплава зёрен. Обнаружено возникновение мартенситной фазы В19', объёмная доля которой возрастает до глубины около 5 мкм, при этом наблюдается понижение величины деформации решетки В2-фазы, обусловленной напряжениями 1-го рода.

Последующая НСЭП-обработка образцов с титанопалладиевым покрытием в основном сохраняет обнаруженные особенности модифицированного слоя. Общая доля мартенситной фазы В19' в этом слое увеличивается по сравнению с аналогичным слоем бинарного сплава, а усреднённая величина остаточных деформаций  $\epsilon^I$  понижается. В модифицированном слое обнаружена новая фаза того же типа В2, но с увеличенным параметром решётки. В ней имеется тот же характер распределения остаточных деформаций  $\epsilon^I$ , как и в основной В2, но меньшей величины. Обсуждается состав и локализация возникшей фазы.

*Работа выполнена по проекту СО РАН III.23.2.1.*

## **РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ ОБЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОНАМИ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ ТИТАНАТА БАРИЯ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ МИКРО- И НАНОПОРОШКАМИ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ РАЗЛИЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**

Михайлов М.М., Утебеков Т.А., Юрьев С.А.

*Томский государственный университет систем управления и  
радиоэлектроники, Томск  
membrana2010@mail.ru*

Титанаты бария, обладающие фазовыми переходами (ФП) при температуре +120, +20 и -70°C вследствие изменения типа кристаллической решетки могут использоваться для создания термостабилизирующие покрытия (ТСП), необходимых для регулирования излучаемых потоков тепла из технологических реакторов, на которые они нанесены или из различных бытовых устройств и сооружений. Наиболее примечательной областью применения ТСП на основе твердых растворов титанатов бария является космические

аппараты (КА), которые работают в вакууме, не соединены с другими объектами. Поэтому отсутствуют теплопроводность и конвекция и возможен только лучистый теплообмен, что повышает эффективность их использования по сравнению с земными условиями.

Поскольку на материалы внешних поверхностей КА действуют различные виды излучений и их рабочие характеристики могут значительно изменяться, то их стабильность к облучению является важной особенностью, которая определяется по изменению спектров диффузного отражения ( $\Delta\rho_\lambda$ ). Целью настоящей работы является сравнительный анализ спектров  $\Delta\rho_\lambda$  покрытий на основе пигментов, полученных прогревом смесей порошков  $\text{BaTiO}_3$  с микро (М)- или нанопорошками (Н)  $\text{ZrO}_2$ , используемых для частичного замещения катионов титана, необходимого для смещения ФП в заданную температурную область.

Экспериментально установлено наличие двух областей в спектрах  $\Delta\rho_\lambda$  - спектрах наведенного поглощения, отличающихся зависимостью изменений коэффициента отражения от концентрации диоксида циркония. В первой области, расположенной от края основного поглощения и до 550 нм проявляется полоса поглощения при 420 нм, на интенсивность которой оказывает заметное влияние концентрация диоксида циркония. Во второй области от 550 до 2100 нм регистрируется широкая полоса поглощения с максимумом при 1000-1200 нм, на участке которой расположены другие менее интенсивные полосы. Интенсивность этих полос значительно уменьшается при увеличении концентрации диоксида циркония, максимальное уменьшение достигает двух раз. Предложено объяснение такого отличия в характере изменений  $\rho_\lambda$  этих областей спектра при облучении, заключающееся в существенном влиянии модифицирования на дефекты анионной подрешетки и его слабом влиянии на дефекты катионной подрешетки титаната бария.

Сравнение особенностей изменений спектров  $\Delta\rho_\lambda$  покрытий на основе  $\text{BaTiO}_3$ , модифицированных микро – или нанопорошками диоксида циркония показало их качественное совпадение. В них регистрируется полоса поглощения при 420 нм, и широкая полоса в ближней ИК области с максимумом примерно при 1000 нм. Интенсивность полосы при 420 нм слабо зависит от концентрации микропорошка и заметно уменьшается с ростом концентрации нанопорошка  $\text{ZrO}_2$ . С увеличением флюенса электронов ( $E=30$  кэВ,  $\Phi \leq 2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) интенсивность полосы при 1000 нм увеличивается более чем в два раза в покрытиях обоих типов.

Закономерности изменения  $\Delta\rho$  в ближней ИК области диаметрально противоположны закономерностям изменения полосы при 420 нм. С увеличением концентрации порошков  $\text{ZrO}_2$  обоих типов происходит

значительное уменьшение интенсивности этой полосы. Абсолютные значения  $\Delta\rho$  покрытий на основе  $\text{BaTiO}_3$ , модифицированных Н-порошками всегда меньше при модифицировании М-порошками диоксида циркония.

Полученные результаты позволяют рекомендовать модифицирование частицами  $\text{ZrO}_2$  для создания высокостабильных в условиях действия излучений ТСП на основе порошков титаната бария с частично замещенными катионами, рабочая температура которых определяется концентрацией атомов циркония, замещающих катионы титана.

## ОСОБЕННОСТИ ЭПИТАКСИАЛЬНОГО РОСТА ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА НА НАНОРЕЛЬЕФНЫХ ПОДЛОЖКАХ ЛЕЙКОСАПФИРА

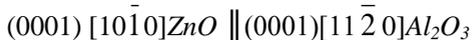
Каневский В.М.<sup>1</sup>, Буташин А.В.<sup>1</sup>, Муслимов А.Э.<sup>1</sup>, Ракова Е.В.<sup>1</sup>,  
Власов В.П.<sup>1</sup>, Бабаев В.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва

<sup>2</sup>Дагестанский государственный университет, Махачкала  
*amuslimov@mail.ru, vagif05babaev@mail.ru*

Известно, что гетероэпитаксиальные пленки  $\text{ZnO}$  содержат двойники, домены, отличающиеся ориентацией полярных осей. Обычно индивидуальные островки  $\text{ZnO}$  повернуты вокруг оси [0001] [1]. Наличие таких разориентированных между собой островков нарушает качество кристаллической пленки и, следовательно, отрицательно влияет на электронную структуру материала. Известно, что устранение такой поворотной структуры приводит к увеличению подвижности электронов. В работе [2] было показано, что подавления поворотов островков можно достичь увеличением отношения потока  $\text{Zn}$  к  $\text{O}_2$ .

В настоящей работе решалась задача получения пленки  $\text{ZnO}$  высокой кристалличности на с-плоскости (0001)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Для подавления поворотов островков были применены пластины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  со структурированной поверхностью. Были использованы подложки лейкосапфира с террасно-ступенчатой структурой поверхности (0001) с расстоянием между ступенями 100-150 нм и их высотой 0,22 нм [3]. Пленки  $\text{ZnO}$  получали методом магнетронного распыления керамической мишени  $\text{ZnO}$  на постоянном токе в атмосфере кислорода (давление  $P=4\div 12$  Па, плотность тока  $j=10\div 60$   $\text{mA}/\text{cm}^2$ , температура подложки  $t=600\div 650^\circ\text{C}$ , скорость роста пленки  $\sim 6$   $\text{nm}/\text{s}$ ). На такой подложке при температуре напыления  $700^\circ\text{C}$  были получены пленки, имеющие одну ориентацию:



Был отмечен переход от самой ранней стадии роста, когда отдельные образующие островки были сначала разориентированы, потом с ростом образуют текстуры и, наконец, при их слипании образуется одна ориентация. На рис.1,а видна зернистая структура пленки, причем островки имеют треугольную форму и одинаковое направление, что также подтверждается данными электронографии. Дальнейшее увеличение толщины слоя сопровождается укрупнением островков с сохранением единственной ориентации (рис.1, б). Видны отдельные сросшиеся островки ромбической формы высотой  $\sim 160$  нм и латеральным размером  $\sim 800$  нм. Наличие ступеней на островках говорит о том, что имеет место послойный рост пленки ZnO с образованием довольно совершенной структуры.

Таким образом, можно предположить, что ступени на поверхности подложки препятствуют возникновению поворотных на  $30^\circ$  структур, сохраняя единую ориентацию кристаллитов ZnO вдоль ступеней на поверхности кристалла сапфира.

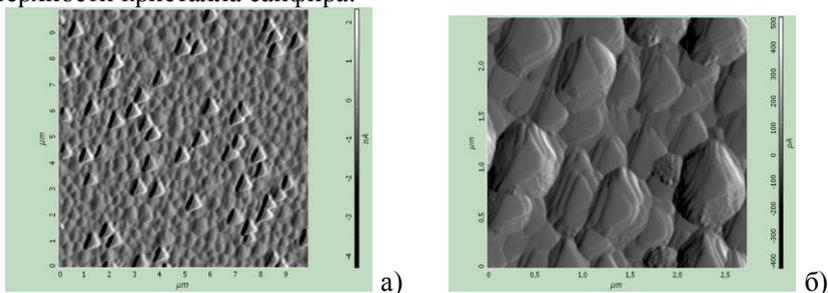


Рис.1. АСМ-изображения поверхности пленок  $(0001)\text{ZnO}/(0001)\text{Al}_2\text{O}_3$  на различных этапах роста.

#### Литература

1. Y.-Z. Liu, M.J. Ying, X.L. Du, et al. // J.Crystal Growth. 2006. V.290. P.631
2. T. Trautitz, R. Sorgenfrei, M. Fiderle // J.Crystal Growth. 2010. V.312. P.227-228
3. А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, В.М. Каневский и др. // Кристаллография. 2012. Т.57. С.927.

## ФОРМИРОВАНИЕ НАНО- И СУБМИКРОСТРУКТУР В ПРИПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА В РЕЗУЛЬТАТЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

Нейман А.А., Мейснер Л.Л., Сёмин В.О.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск  
nasa@ispms.tsc.ru*

В результате воздействия низкоэнергетическими сильноточными электронными импульсными пучками на металлический материал в его тонком приповерхностном слое формируется сложное структурно-фазовое состояние, отличное от структуры материала до воздействия [1-3]. Формирующаяся структура приводит к повышению эксплуатационных характеристик материала, таких как коррозионная стойкость, трещиностойкость приповерхностного слоя и другие. При этом, как было исследовано на сплаве никелида титана [4], тонкий модифицированный слой оказывает влияние на деформационное поведение материала в целом.

Представлены результаты электронно-микроскопических исследований микроstructures в поперечном направлении от поверхности образца, изменившейся после воздействия импульсными низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками.

Поверхность образца из сплава  $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$ , подготовленную механической шлифовкой и электролитической полировкой, модифицировали в режиме плавления электронно-пучковым воздействием при условиях: плотность энергии  $E=10 Дж/см^2$ , количество импульсов  $N=10$ , с частотой следования  $\nu=0,3 Гц$ , давление рабочего газа  $P_{Ar}=3,5 \cdot 10^{-2} Па$ , длительность импульсов в разных режимах воздействия составила  $\tau=50 мкс$  и  $\tau=200 мкс$ .

Приготовление фольг в поперечном сечении для просвечивающей электронной микроскопии осуществляли по специальной методике, которая позволяет сохранить облученную поверхность, и проводить исследования структуры материала на заданном удалении от поверхности. Фольги образцов до и после облучения электронными пучками, приготовленные методом ионного травления на установке EM 09100IS (JEOL, Япония, ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН), исследовали на просвечивающем электронном микроскопе JEM 2100 (JEOL, Япония, ЦКП «Нанотех») при ускоряющем напряжении 200 кВ.

При электронно-микроскопических исследованиях особенностей морфологии микроstructures в области энергетического воздействия у поверхностей образцов, облученных при разных длительностях электронно-пучковых импульсов, обнаружена игольчатая структура с наноразмерного сечения ( $\sim 100 нм$ ), ориентированная перпендикулярно

облученной поверхности. По мере удаления от поверхности размеры игольчатой структуры укрупняются, одновременно обнаруживаются структуры, имеющие равноосную симметрию. Размеры структурных элементов обоих типов на глубине проплава становятся соизмеримы и достигают размеров около 1 мкм. Глубина проплавленного слоя для режима с длительностью импульсов  $\tau=50\text{мкс}$  составляет  $\sim 10\text{мкм}$ , а для режима с  $\tau=200\text{мкс}$  –  $\sim 6\text{мкм}$ . По границам игольчатой структуры выстраиваются частицы второй фазы, размеры которой составляют  $<10\text{нм}$ . Формирование такой нанодисперсной фазы обнаруживалось ранее и обсуждалось в работах [1-3]. Состав и структурное состояние этой фазы предстоит выяснить в дальнейшем. В нижележащих слоях микроструктура материала сохраняется крупнокристаллической, соответствующей образцу до электронно-пучкового воздействия, а частицы нанодисперсной фазы не обнаруживаются.

#### Литература

1. Tsellermaer I.B., Ivanov Yu.F., Konovalov S.V., Gromov V.E. Forming Structural-Phase States of the Surface Layer of Steel by Electron-Beam Treatment // *Steel in Translation*, 2007, Vol. 37, No. 8, pp. 670–672.

2. Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Воробьев С.В., Бессонов Д.А., Колубаева Ю.А., Коновалов С.В. Структурно-фазовое состояние поверхностного слоя, формирующееся в стали 20Х13 в результате облучения высокоинтенсивным электронным пучком // *Физическая мезомеханика* 14, 6, 2011, -С. 111-116.

3. Meisner L.L., Lotkov A.I., Mironov Yu.P., Neyman A.A. Evolution of Structural-Phase States in TiNi Surface Layers Synthesized by Electron Beam Treatment // *Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanotechnology*. Volume 2010, 8 pages.

4. Мейснер Л.Л., Сивоха В.П., Литовченко Н.А., Нейман А.А., Мейснер С.Н., Чжан Д. Влияние ионно- и электронно-лучевой модификации поверхности на эффекты сверхэластичности и памяти формы в никелиде титана. // *Журнал функциональных материалов Т.1 №2 2007* -С.58-65.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Ti-Al-Si-N

Пинжин Ю.П.<sup>1</sup>, Коротаев А.Д.<sup>2</sup>, Овчинников С.В.<sup>1</sup>, Слабодчиков В.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия*

<sup>2</sup>*Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
Россия*

*pinzhin@phys.tsu.ru*

Проблема создания покрытий с таким комплексом свойств, как хорошая адгезия с подложкой, низкий коэффициент трения и плавное изменение прочностных характеристик от подложки к поверхности решается формированием градиентных покрытий путем изменения элементного состава. При этом изменение свойств покрытий в системе Ti-Al-Si-N определяется в основном изменением структурного состояния [1]. В настоящей работе была поставлена задача исследования зависимости зеренной и тонкой дефектной структуры по глубине в покрытиях Ti-Al-Si-N переменного состава.

Покрытия получены методом магнетронного распыления в среде аргона и азота мишеней титана и сплава Al-Si. Изменение состава по толщине покрытия достигалось изменением интенсивности распыления мишени сплава Al-Si.

Методом просвечивающей электронной микроскопии обнаружено изменение зеренной структуры по мере удаления от границы подложка – покрытие. Вблизи подложки зерна имеют субмикроскопические размеры, вытянуты в направлении роста покрытия и характеризуются высокой дефектностью. По мере удаления от подложки столбчатый рост покрытия прекращается и формируется нанозеренная структура.

По глубине покрытия в точках размером около 15-20 нм определен элементный состав (методом рентгеноспектрального энергодисперсионного анализа) и получены электронограммы (nanobeam diffraction). Обнаружено немонотонное изменение концентрации основных элементов по глубине, а также немонотонное изменение параметров решетки.

Обсуждаются возможные связи элементного состава, параметров кристаллической решетки и зеренной структуры покрытия.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №13-08-00502.*

[1] Stan Veprek, Maritza G.J. Veprek-Heijman, Pavla Karvankova, Jan Prochazka. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites. *Thin Solid Films* 476 (2005) 1 – 29.

## СТРУКТУРА НАНО- И СУБМИКРОМЕТРОВЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

Остапенко М.Г.<sup>1</sup>, Мейснер Л.Л.<sup>1,2</sup>, Лотков А.И.<sup>1</sup>, Гудимова Е.Ю.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup> *Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск*

*artifakt@ispms.tsc.ru*

Модификация поверхности электронными пучками может привести к возникновению остаточных напряжений, влияющих на объемные неупругие свойства никелида титана. Это может быть обусловлено изменением структурно-фазовых состояний, формированием градиентных структур в их поверхностных слоях, а также увеличением объемной доли поверхностной модифицированной части материала относительно не модифицированной части. Вследствие этого, представляется важным проведение рентгеноструктурных исследований структурно-фазовых состояний поверхностных слоев.

В работе исследовались плоские образцы из сплава  $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$  размерами  $(1 \times 15 \times 15)$  мм<sup>3</sup>, которые подвергались импульсным электронно-пучковым воздействиям при следующих параметрах воздействия: плотность энергии в электронном пучке составила 20 Дж/см<sup>2</sup>; длительность импульса  $\tau=150$  мкс, количество импульсов  $N=5$ . Рентгеновские исследования структурных состояний фаз, сформированных в приповерхностных слоях  $TiNi$ , проводили на дифрактометре ДРОН-7 (ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН, г. Томск) в  $CoK_{\alpha}$ -излучении по симметричной и ассиметричной схемам съемок.

Из сравнения рентгеновских дифракционных картин, полученных при использовании симметричной схемы съемок, от образцов  $TiNi$  до и после электронно-пучковой обработки видно, что после облучения кроме дифракционных рефлексов от фаз  $B2$  и  $Ti_2Ni$  на дифрактограммах наблюдаются дополнительные рефлексы, соответствующие мартенситной фазе  $B19'$  никелида титана. Приближенная оценка объемной доли мартенситной фазы по суммарной интенсивности рефлексов, принадлежащих фазам  $B2$ ,  $Ti_2Ni$  и  $B19'$  показала, что содержание последней составляет ~10 об. %. Учитывая, что дифракционная картина была получена при симметричной геометрии съемок, то есть с максимально возможной глубины проникновения рентгеновских лучей в материал, можно сказать, что толщина слоя, в котором наблюдалась мартенситная фаза, превышает толщину наружного, быстрозакаленного слоя, которая составляет не более 10 мкм. На дифракционных картинах облученных образцов, полученных при использовании ассиметричных

съемок, видно, что с уменьшением угла скольжения (то есть уменьшением толщины анализируемого слоя) интенсивность рефлексов фазы В19' понижается и при минимальном угле скольжения близка к нулю. Это означает, что в новом перекристаллизованном слое мартенситной фазы нет. Кроме того, обнаружено, что все рефлексы фазы В2 «расщеплены» – со стороны малых углов имеются рефлексы, положение которых не соответствует  $K_{\alpha}$ -дублету. При увеличении угла скольжения интенсивность «малоугловых» компонент этих рефлексов уменьшается.

Анализ полученных результатов показал, что в результате электронно-пучковой модификации на поверхности никелида титана формируется многослойная композиция, которую можно описать следующим образом. Наружный слой представляет собой «быстрозакаленный» слой с новой фазой В2<sup>поверх</sup>, сохранившей структурный тип материнской высокотемпературной фазы В2, толщина этого слоя составляет 10 мкм. Далее к нему прилегает слой, который не был расплавлен электронным пучком, содержащий высокотемпературную фазу В2 и мартенситную фазу В19', за ним следует слой с фазой В2 с параметрами близкими к исходным.

*Исследования проведены в рамках Г/б проектов № III.23.2.1, ГК № 16.522-11-2019 и при финансовой поддержке стипендиального фонда Президента РФ.*

## **ФОРМИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ОКСИДОВ ХРОМА В СТАЛИ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ ПОВЕРХНОСТИ КОРОТКИМИ ИМПУЛЬСАМИ**

Харанжевский Е.В., Кривилев М.Д., Решетников С.М.

*Удмуртский государственный университет, Ижевск  
eh@udsu.ru*

На основе экспериментальных исследований и результатов термодинамического расчета описан процесс формирования твердых растворов оксида хрома короткоимпульсной лазерной обработкой в среде аргона с формированием плазменного факела. Длительность импульса оптоволоконного лазера составляла 10 нс, поэтому основной механизм воздействия лазерного излучения является тепловым, однако, ввиду высокой плотности мощности излучения, развиваются высокие градиенты температуры ( $10^8$  К/м) и высокие скорости нагрева и охлаждения ( $10^7$  К/с). Такие условия приводят к перегреву наноразмерных частиц оксида хрома, предварительно нанесенных тонким слоем на поверхность стали, их плавлению и формированию плазменного факела. Энергетические режимы лазерной обработки подбирались так,

чтобы обеспечить плавление тонкого слоя (около 1 мкм) поверхности стали. Таким образом, осуществлялось активное растворение оксидов хрома в металлическом расплаве подложки.

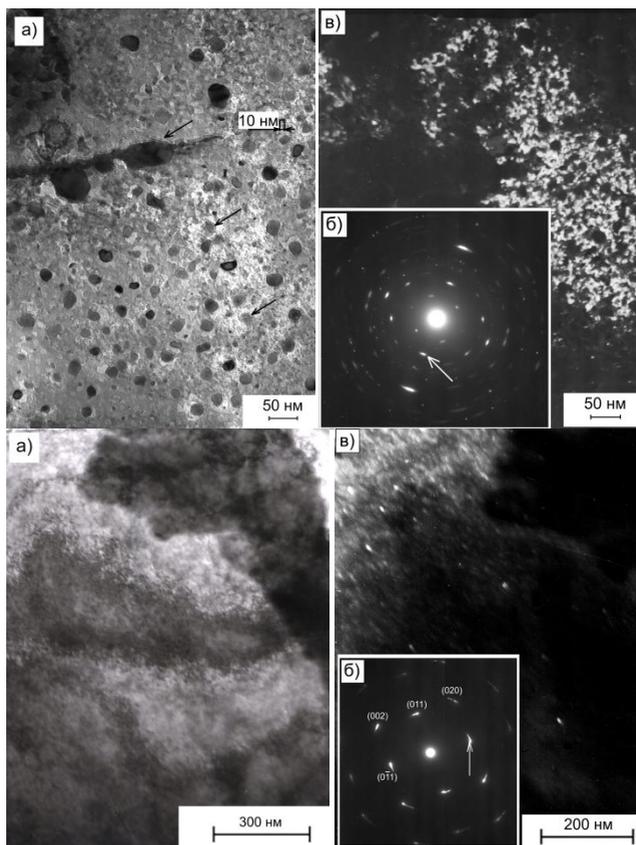


Рис. 5. а – светлопольное изображение структуры в зоне нерастворенного Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; б – электронограмма шпинели FeO·Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; в – темнопольное изображение в рефлексе (210) FeO·Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; а' (справа) – светлопольное изображение структуры в зоне полностью растворенного Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; б' – электронограмма Cr(мет); в' – темнопольное изображение в рефлексе (011) Cr(мет)

Методами ПЭМ, РФЭС и рентгеновской дифракции проведено исследование структуры, химического и фазового состава поверхностных пленок нелегированной низкоуглеродистой стали, подвергнутой насыщению ультрадисперсным оксидом хрома методом лазерной

обработки наносекундными импульсами. Установлено, что поверхностные наноструктурные слои, сформированные в условиях высокоскоростной кристаллизации и воздействием на расплав лазерно-индуцированной плазмы, содержат диспергированные в альфа- и гамма железе оксиды хрома и железа, хромшпинель  $\text{FeO-Cr}_2\text{O}_3$ , восстановленный металлический хром и карбиды хрома, образованные на месте бывших перлитных зерен.

Применение положений термодинамической модели пассивных пленок в Fe-Cr сплавах позволило объяснить фазовый состав поверхности обработанной стали и электрохимические свойства (скорость анодного растворения, величина Фладе-потенциала).

## **ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НАНЕСЕННЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОЖНООКСИДНЫХ СИСТЕМ**

**Русских О.В., Остроушко А.А.**

*Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н.Ельцина, Екатеринбург  
olga.v.russkikh@mail.ru*

В настоящее время одной из важных проблем является защита окружающей среды, в том числе и атмосферы. Одним из современных методов решения данной проблемы — каталитическая очистка отходящих газов, например, в промышленности. К перспективным материалам для создания каталитических устройств дожигания углеродсодержащих веществ, относятся сложнookсидные композиции [1]. На практике их применяют в нанесенном виде, например на высокопористых ячеистых материалах (пеноникель) или кордиерите. В настоящее время между носителем и каталитическим слоем наносят слой наноструктурированного оксида алюминия, что увеличивает стоимость каталитических систем в целом. В настоящей работе было проведено исследование возможности замены промежуточного слоя из оксида алюминия на более дешевый оксид никеля.

Проведен синтез сложных оксидов  $\text{La}_{1-x}\text{Me}_x\text{MnO}_3$  ( $\text{Me}=\text{Ag}, \text{Cs}, \text{Sr}$ ), нанесенных на пеноникель с различной пористостью (диаметр 2 – 3 мм или 0,2 – 0,3 мм), изучена их морфология, каталитические свойства. Синтез наноструктурированного сложнookсидного слоя осуществляли пиролизом полимерно-солевых композиций непосредственно на носителе, предварительно подвергнутому термообработке для получения промежуточного слоя – оксида никеля. В ходе проведения работы была выбрана методика получения нанесенных наноструктурированных

сложных оксидов: концентрация полимерного, солевого компонентов, режим термообработки.

Изучение морфологии промежуточного (рис. 1а, 20кВ,  $33 \times 10^3 \times$ ) и каталитического (рис. 1б, 20кВ,  $14 \times 10^3 \times$ ) слоев проводили методом электронной микроскопии (рабочая станция AURIGA CrossBeam, Carl Zeiss NTS). Данным методом были изучены особенности структуры каталитического слоя  $\text{La}_{0.75}\text{Ag}_{0.25}\text{MnO}_{3\pm y}$  (рис. 1б) на микро и наноуровне. Определен размер наночастиц серебра, распределенных по поверхности сложнооксидного слоя (белые частицы на микрофотографии), он составляет 50 – 100 нм.

Изучена каталитическая активность нанесенных образцов в реакции окисления монооксида углерода кислородом воздуха. Замена подслоя  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на  $\text{NiO}$  приводит к ухудшению каталитических свойств системы  $\text{La}_{0.75}\text{Ag}_{0.25}\text{MnO}_{3\pm y}$ , система  $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_{3\pm y}$  показывала высокую активность в данных условиях. Это может быть использовано при создании реальных каталитических систем в виду меньшей стоимости как промежуточного, так и каталитического слоев.

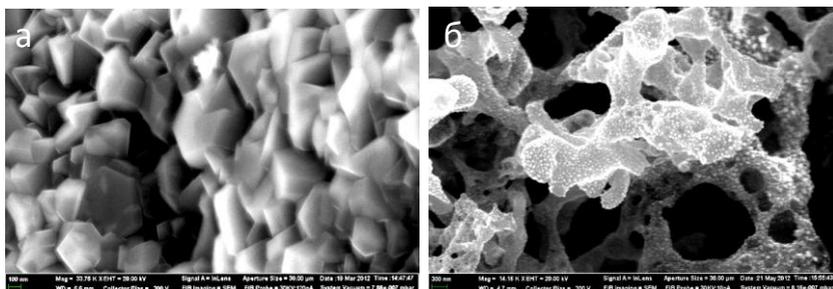


Рис. 1. а – вид подслоя  $\text{NiO}$  на крупнопористом никелевом носителе; б – вид слоя сложного оксида  $\text{La}_{0.75}\text{Ag}_{0.25}\text{MnO}_{3\pm y}$  на поверхности крупнопористого никелевого носителя.

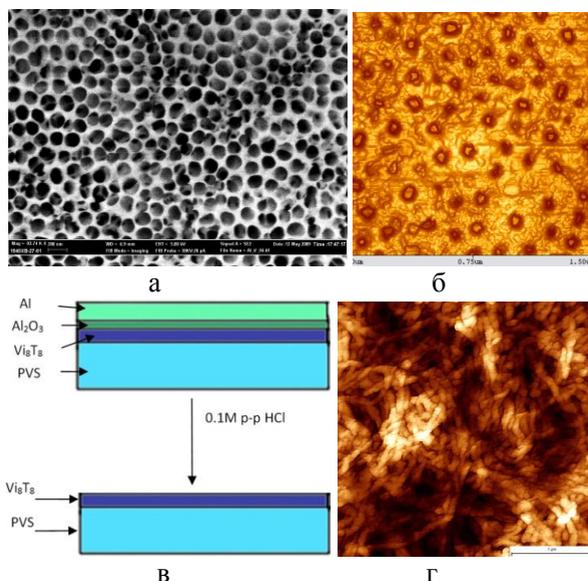
*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 12-03-31875 мол а), и поддержке молодых ученых УрФУ в рамках реализации программы развития УрФУ.*

1. Порсин А.В., Аликин Е.А. и др // Катализ в промышленности. 2007. №6. С. 39–45.

## ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ ОКТАВИНИЛСИЛЕСЕСКВИОКСАНА И ПОЛИВИНИЛСИЛЕСЕСКВИОКСАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТРУКТУРИРОВАННОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Тутов М.В., Карпова Е.И., Сви́стунова И.В., Шапкин Н.П.  
 Дальневосточный федеральный университет, Владивосток  
 thunderbird87@mail.ru

В последние годы развиваются новые методы контролируемого получения однородных одномерных структур, таких как нановискеры и нанотрубки. Большинство наноструктурированных материалов получают, используя такие методы, как золь-гель и процессы самосборки. Использование же жестких шаблонов (темплатов) является надежным и удобным способом для формирования одномерных наноструктур (темплатный синтез). В настоящей работе в качестве такого темплата нами был использован неорганический жесткий нанопористый оксид алюминия  $Al_2O_3$ , и был применен недорогой метод формирования одномерных органических наноструктур из неводных растворителей в структуре нанопористого оксида алюминия, с последующим извлечением полученных структур из темплатного материала.



На первом этапе проводилось формирование слоя нанопористого оксида алюминия двустадийным анодным окислением алюминиевой подложки [1]. При этом были получены достаточно геометрически

структурированные пленки из оксида алюминия (рис. а). Средний диаметр пор (в верхней части) составлял ~110-120 нм. Октавинилсилесквиоксан наносили методом "молекулярного наслаивания" из раствора в хлороформе на подготовленную алюминиевую подложку. По данным АСМ морфология поверхности полученной пленки октавинилсилесквиоксана близка к морфологии исходной поверхности анодированного алюминия (рис. б). Образование пленки на поверхности анодированного алюминия происходит за счет образования  $\pi$ -связи винильной группы с ионом алюминия. На следующем этапе пленку октавинилсилесквиоксана переносили с поверхности анодированного алюминия на подложку из поливинилсилесквиоксана. Для этого на пленку октавинилсилесквиоксана был нанесен поливинилсилесквиоксана низкомолекулярной фракции ( $M \approx 500-1500$  г/моль), полученный дробным осаждением из спиртового раствора продуктов реакции гидролитической поликонденсации винилтрихлорсилана и нанесенной на поверхность подложки из стекла. Далее подложка поливинилсилесквиоксана с нанесенной на нее пленкой на поверхности анодированного алюминия помещалась в 0.1 М раствор соляной кислоты до полного растворения подложки алюминия и оксида алюминия (рис. в). При этом на поверхности поливинилсилесквиоксана была сформирована пленка нановискеров из октавинилсилесквиоксана (рис. г). Можно предположить, что структура слоя нановискеров примыкающая к слою подложки из поливинилсилесквиоксана имеет периодическую структуру в виде реплики структуры пористого алюминия (рис. а).

*Работа выполнена при финансовой поддержке Федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" (2012-1.2.2-12-000-1004-016).*

1. Пат. 2474466, РФ. Способ получения мембраны на основе оксида алюминия / Кондриков Н. Б., Царев С. А. – опубл. 10.02.2013.

## НОВЫЕ ПОЛИМЕРЫ - ПРЕДШЕСТВЕННИКИ АЛМАЗНОЙ ФАЗЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ АЛМАЗНЫХ ЧАСТИЦ И ПЛЕНОК

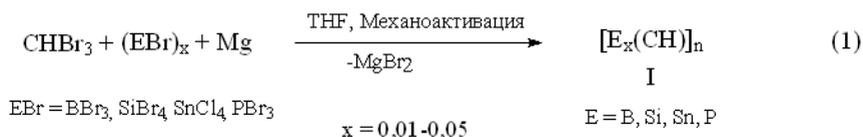
Сизов А.И.<sup>1</sup>, Звукова Т.М.<sup>1</sup>, Седов В.С.<sup>2</sup>, Ральченко В.Г.<sup>2</sup>, Хомич А.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва

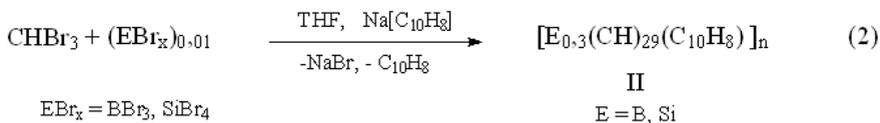
<sup>2</sup>Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва  
aisizov@yandex.ru

Полимеры - предшественники алмазной фазы ряда поли(гидридокарбина), благодаря структурному сходству с алмазом, демонстрируют уникальное свойство формировать алмазные наночастицы и пленки при термическом разложении. Введение в состав таких полимеров легирующих элементов позволяет получать легированные алмазные частицы и слои с различными электрофизическими характеристиками.

Нами показано, что легированные полимеры - предшественники алмазной фазы состава I могут быть получены с помощью реакции соконденсации бромформа  $\text{CHBr}_3$  и легирующей компоненты  $\text{EBr}_n$  при действии магния в условиях механохимической активации (Реакция (1)) [1]. Легирующий элемент E в полимерах – предшественниках I химически связан с полимерной основой, которая представляет собой пространственную сеть из  $\text{sp}^3$ -гибридизованных атомов углерода, каждый из которых связан одинарными связями с тремя другими атомами углерода и с одним атомом водорода. Высокая эффективность механохимической реакции (1) допускает возможность одновременного введения в полимер (и, в дальнейшем, в алмаз) двух и более легирующих элементов.



Другим методом получения легированных полимеров - предшественников алмазной фазы может служить реакция (2) [2], в которой соконденсация  $\text{CHBr}_3$  и легирующей компоненты  $\text{EBr}_n$  осуществляется в мягких условиях под действием активного гомогенного восстановителя – натрий нафталида  $\text{Na}[\text{C}_{10}\text{H}_8]$ .



В полимерах – предшественниках II легирующий элемент E также химически связан с пространственной сетью из  $sp^3$ -гибридизованных атомов углерода, в которую, помимо этого включены фрагменты  $C_{10}H_8$ .

Найдено, что полимеры I эффективны в синтезе отдельных легированных алмазных частиц и кристаллов, а полимеры II более пригодны для получения легированных алмазных пленок и покрытий. По-видимому, эта разница в свойствах I и II связана с различием их углеродных каркасов. Так, полимеры I включают только углерод в  $sp^3$ -состоянии, в то время как полимеры II содержат как  $sp^3$ -углерод (~75% ат.), так и  $sp^2$ -углерод (группы  $C_{10}H_8$ ) (~25% ат.). При термоллизе полимеров II фрагменты  $C_{10}H_8$  (нафталин) легко удаляются, что, вероятно, «разрыхляет» слой полимера и облегчает последующее формирование протяженных алмазных структур.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 10-03-00943-а и 12-03-00857-а.*

[1] Сизов А.И., Звукова Т.М., Булычев Б.М. Механохимический синтез поли(гидридокарбина) // Известия РАН, сер.хим., 2012, № 3, С. 665. [2]

Булычев Б. М., Звукова Т. М., Сизов А. И. и др.

Поли(нафталингидрокарбин): синтез, изучение и применение для получения тонких алмазных пленок // Известия РАН, сер., хим., 2010, № 9, С. 1678.

## СТРУКТУРА И ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК НИОБАТА ЛИТИЯ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЧАСТОТНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ В АТМОСФЕРЕ $Ar+O_2$

Сумец М.П.<sup>1,2</sup>, Костюченко А.В.<sup>1</sup>, Иевлев В.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup> Воронежский институт Государственной противопожарной службы  
МЧС России, Воронеж  
[msumets@rambler.ru](mailto:msumets@rambler.ru)

На поверхности (001) монокристаллического кремния n-типа при давлении рабочего газа ( $60 Ar - 40 O_2$ ) в реакционной камере около  $1,5 \times 10^{-1}$  Па получены нанокристаллические пленки  $LiNbO_3$  с преобладающей одноосной текстурой  $\langle 0001 \rangle$  и средним размером зерен и субзерен 40 нм.

По результатам исследования вольт-амперных и вольт-фарадных характеристик сформированных гетероструктур  $(001)Si-LiNbO_3$  установлено, что наличие кислорода в реакционной камере оказывает

сильное влияние как на объемные электрические свойства пленок  $\text{LiNbO}_3$  так и на свойства границы раздела  $\text{Si}/\text{LiNbO}_3$ . В частности, присутствие кислорода, влияя на состав реактивной плазмы, уменьшает как концентрацию кислородных вакансий, так и подвижный ионный заряд в пленке  $\text{LiNbO}_3$ . С другой стороны, зонная диаграмма на границе раздела  $\text{Si}/\text{LiNbO}_3$  изменяется значительно, в результате чего формируются обедненные слои по обе стороны гетероперехода (Рис.1).

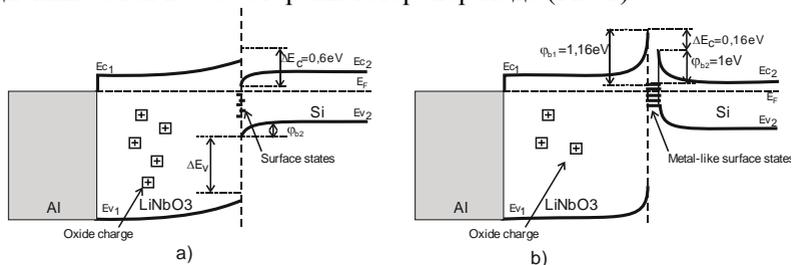


Рис. 1. Зонные диаграммы гетероструктур  $\text{Si-LiNbO}_3$  сформированных методом высокочастотного магнетронного распыления в атмосфере  $\text{Ar}$  (a) и  $\text{Ar}+\text{O}_2$  (b).

Исследование показало, что использование реакционной газовой смеси  $\text{Ar}(60\%)+\text{O}_2(40\%)$  положительно влияет на электрические свойства гетероструктур  $(001)\text{Si-LiNbO}_3$  с точки зрения перспективы их использования в качестве элементной базы систем динамической энергонезависимой памяти.

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### **XANES И USXES ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ И АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ НАНОСЛОЕВ КРЕМНИЯ НА ПОДЛОЖКЕ ВЫСОКООРИЕНТИРОВАННОГО ПИРОЛИТИЧЕСКОГО ГРАФИТА (НОРГ)**

Турищев С.Ю.<sup>1</sup>, Анисимов А.В.<sup>1</sup>, Машин А.И.<sup>2</sup>, Ершов А.В.<sup>2</sup>,  
Нежданов А.В.<sup>2</sup>, Терехов В.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,  
Нижний Новгород  
xasanderx@yandex.ru

Поиск способов получения и исследование свойств новейших наноструктурированных форм кремния, обладающих уникальными свойствами, принципиально отличными от объемного материала, является одной из приоритетных задач современной физики твердого тела. Являясь ближайшим аналогом углерода по физико-химическим свойствам, кремний значительно уступает данному элементу в возможности формирования устойчивых аллотропных форм, однако в недавнее время были получены данные о существовании новых кремниевых структур, в которых атомы кремния имеют гибридизацию, отличную от  $sp^3$ . Кроме того, открытие новых аллотропных модификаций углерода, таких как графен, представляющий собой соединенный в двумерную гексагональную решетку слой атомов углерода толщиной в один атом, вызвало значительный интерес к поиску возможностей формирования аналогичных структур кремнием. Одним из возможных способов получения кремниевых наноматериалов, аналогичных углеродным, является использование углеродных структур в качестве матриц-подложек для кремниевых нанослоев [1, 2].

Исследованные образцы кремния на графите были получены при помощи методики электронно-лучевого испарения. Образец с толщиной пленки кремния порядка 5 нм был изготовлен при помощи сверхвысоковакуумного комплекса Multiprobe RM (Omicron Nanotechnology GmbH), образец с толщиной пленки кремния порядка 3 нм – при помощи модернизированной вакуумной установки ВУ-1А.

В результате анализа XANES  $L_{2,3}$ -спектров получены данные о значительном разупорядочении части атомов кремния в образцах, а также наблюдается небольшое (порядка 0,2 – 0,3 эВ) уменьшение энергии фундаментального края поглощения, а следовательно и дна зоны

проводимости кремния в исследованных образцах относительно эталонов.

В то же время при анализе XANES спектров в области *K*-края поглощения были обнаружены свидетельства формирования частью атомов кремния упорядоченной структуры на подложке высокоориентированного пиролитического графита.

По данным ультрамягкой рентгеновской эмиссионной спектроскопии подтверждается значительная аморфизация нанослоев кремния на графите, а также выявлено формирование фазы низкокоординированного кремния в образце с толщиной пленки кремния порядка 5 нм. В двух образцах наблюдаются свидетельства образования связей кремния с углеродом и формирования карбида кремния.

*Работа частично выполнена на The Synchrotron Radiation Center, University Of Wisconsin-Madison, который поддерживается NSF грант No. DMR-0537588.*

Литература:

1. Zeng B., Xiong G., Chen S. et al. // *Appl. Phys. Lett.* 2007. V. 90. № 3. 033112.
2. Филатов Д.О. Структура и свойства наноструктур Si на поверхности высокоориентированного пиролитического графита / Д.О. Филатов, Д.А. Антонов, С.Ю. Зубков, А.В. Нежданов, А.И. Машин // *Известия РАН. Серия физическая* – 2011 – том 75 – № 1 – с. 18 – 22

## **МОДУЛЯЦИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ МУЛЬТИГРАФЕНА**

Бокова А.М., Тучин А.В., Битюцкая Л.А.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
me144@phys.vsu.ru*

После исследования в 2004г. на практике свойств графена, полученного методом механического отслаивания [1], этот материал стал одним из самых изучаемых по всему миру. Данный материал сочетает в себе химическую и механическую стабильность с баллистическим транспортом носителей заряда. Поэтому с графеном связывают будущий прорыв в нанoeлектронике [1-2]. В процессе синтеза графена часто образуются несколько близко расположенных слоев (~5 слоев) [3]. Данная аллотропная модификация углерода получила название мультиграфен (МГ).

Методом теории функционала плотности (DFT) в приближении LSDA в базе 3-21\*G проводилось исследование электронной структуры

МГ с числом слоев до 6 включительно. Конфигурация графеновых слоев соответствует структуре  $\alpha$ -графита.

В табл.1 представлены рассчитанные значения межплоскостных расстояний  $r_{sh}$  в МГ- структурах. Можно сделать вывод, что зависимость межплоскостного расстояния в соседних слоях МГ с  $n > 3$  является осциллирующей, происходит чередованием минимумов и максимумов  $r_{sh}$ . Кроме того, увеличение числа слоев МГ приводит к уменьшению усредненного межплоскостного расстояния. Результаты расчетов приведенной энергии связи ( $E_b$ ) и усредненной приведенной межплоскостной энергии связи ( $E_{bsh}$ ) представлены в табл.2.

Табл.1. Рассчитанные межплоскостные расстояния в мультиграфене с числом слоев от 2 до 6.

n	2	3	4	5	6
$R_{sh1}$ , нм	0,361	0,356	0,356	0,357	0,352
$R_{sh2}$ , нм	-	0,356	0,359	0,353	0,361
$R_{sh3}$ , нм	-	-	0,356	0,360	0,354
$R_{sh4}$ , нм	-	-	-	0,353	0,361
$R_{sh5}$ , нм	-	-	-	-	0,351

Табл.2. Рассчитанные значения приведенной и межплоскостной энергий связи в графене, графите и мультиграфене с числом слоев от 2 до 6.

n	1	2	3	4	5	6	графит
$E_b$ , эВ/атом	8,903	8,933	8,943	8,948	8,951	8,952	8,962
$E_{bsh}$ , эВ/листок	-	0,059	0,079	0,089	0,094	0,098	0,117

Из табл.2 видно, что энергия связи атомов углерода в МГ сначала быстро увеличивается при  $n=1-3$ , затем ее рост замедляется. Связи между плоскостями в мультиграфене и графите являются слабыми Ван-дер-Ваальсовыми, поэтому межплоскостная энергия значительно меньше усредненной энергии связи. Данная энергия характеризует прочность на отрыв слоев друг от друга. Зависимость  $E_{bsh}(n)$  более плавная и достигает насыщения медленнее, чем  $E_b(n)$ .

1. Novoselov K. S. et al.//Science, Vol.306, Pp.666–669 (2004).
2. Yoo E.J. et al.//Nano Lett., Vol.8, N.8, Pp.2277-2282 (2008)
3. Нечаев Ю.С. // УФН, Т.1766 №6, С.581-610 (2006)

**НАНЕСЕНИЕ АНТИФРИКЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ  
БАББИТОВЫХ СПЛАВОВ, АРМИРОВАННЫХ  
УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ**

Гвоздев П.П., Коберник Н.В., Михеев Р.С.

*Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана,  
Москва*

*koberniknv@yandex.ru, mikheev.roman@mail.ru*

Баббитовые сплавы имеют широкое распространение среди антифрикционных материалов и применяются при производстве тяжело нагруженных биметаллических подшипников скольжения, которые традиционно изготавливают по литейной технологии методом центробежного литья. Однако, изделия, полученные по литейной технологии, характеризуются ликвацией легирующих элементов по толщине отливки, низкой адгезионной прочностью, значительным припуском на механическую обработку, малой величиной усталостной прочности из-за большого размера структурно-фазовых составляющих и др.

Применение технологий нанесения антифрикционных покрытий методами наплавки и напыления вследствие повышенных скоростей охлаждения по сравнению с методами литья позволяет обеспечивать заданное формирование и получать необходимую структуру поверхностных слоев для достижения требуемых эксплуатационных характеристик.

Дополнительным резервом повышения эксплуатационных характеристик антифрикционных материалов является введение в их состав наноразмерных частиц, например углеродных нанотрубок (УНТ), о положительном влиянии которых свидетельствуют результаты работ, опубликованных за последнее время.

В настоящей работе рассмотрена возможность нанесения покрытий из баббитового сплава, содержащего УНТ, методом плазменно-порошковой наплавки. Определены технологические режимы процесса наплавки, обеспечивающие отсутствие выгорания УНТ и легирующих элементов. Полученные покрытия характеризуются высокими значениями адгезионной прочности. Показано, что наличие в составе покрытия до 0,25 мас % УНТ не оказывает существенного влияния на микроструктуру наплавленного металла и не приводит к изменению твердости покрытия. Однако результаты испытаний на трение и износ в режиме сухого трения скольжения показали, что присутствие УНТ в составе покрытий обеспечивает увеличение стабильности процесса трения и снижение интенсивность изнашивания на величину не менее 30%, при сохранении значения коэффициента трения, сопоставимого с покрытиями без УНТ.

## ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ ПОРИСЫХ ПЛЕНОК АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Куратова Н.С., Росляков И.В., Напольский К.С.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
natashawithyou@gmail.com*

Структуру пленок анодного оксида алюминия (АОА) можно представить как набор вертикальных цилиндрических каналов, расположенных перпендикулярно поверхности пленки. В плоскости пленки каналы образуют плотнейшую гексагональную упаковку. Подобная уникальная структура делает возможным использование АОА в качестве мембран для проведения процессов газоразделения и жидкостной фильтрации, матриц для формирования наноструктур различного состава и геометрии, а также для создания основы газовых сенсоров различных типов. Однако для большинства из вышеупомянутых применений пористые пленки должны обладать долговременной химической устойчивостью и стабильностью при высоких температурах. По литературным данным этого можно добиться путем предварительного отжига АОА. Однако отжиг при высоких температурах (более 700°C) приводит к механической деформации (изгибанию, скручиванию, растрескиванию) первоначально ровных образцов, что недопустимо для их практического применения. Таким образом, исследование высокотемпературной стабильности мембран АОА и их структурных изменений в процессе отжига является важной практической задачей.

Целью данной работы является изучение термической стабильности пленок анодного оксида алюминия, а также подбор условий отжига не приводящих к их механической деформации.

На первом этапе работы методом анодного окисления алюминия (чистота 99,99%) в растворе 0,3 М щавелевой кислоты были получены две серии пористых пленок при значении прикладываемого напряжения  $U = 40$  В и  $U = 120$  В. Отжиг образцов проводили на воздухе в муфельной печи при температурах  $T = 700$  °С и  $T = 800$  °С со скоростью нагрева 1°/мин. Время выдержки составляло 12/24 часа и 6/12 часов, соответственно. Условия отжига (температура и скорость нагрева) были определены по данным гравиметрического анализа, результаты которого свидетельствуют о наличии резкой ступени потери массы при температуре ~ 815°C связанной с удалением из структуры АОА примесей электролита.

По данным рентгенофазового анализа (РФА) после отжига при  $T = 700$  °С пленки АОА остаются рентгеноаморфными (как и исходные образцы АОА до отжига). Данный факт согласуется с данными гравиметрического анализа: в не зависимости от времени выдержки в

печи при данной температуре в мембранах остается изначальное содержание примесей. Однако пленки, полученные при напряжении  $U = 120$  В при данной температуре отжига уже начинают изгибаться. Для борьбы с этим фактом был проведен отжиг под гнетом, который даже и при  $T = 800$  °С позволил получить недеформированные образцы. Следует отметить, что пленки, сформированные при  $U = 40$  В, не гнулись при обоих значениях температуры. Это может быть связано как с однородностью их структуры по всей толщине, так и с меньшим содержанием примесей – по данным гравиметрического анализа пленки, приготовленные при  $U = 120$  В, обладают большим содержанием примесей, чем при  $U = 40$  В (7,3% и 5,9% по массе, соответственно).

По данным растровой электронной микроскопии (РЭМ) видимых изменений в пористой структуре не наблюдается даже после отжига при температуре  $T = 800$  °С – каналы сохраняют свой размер, форму и упаковку в плоскости. Результаты РФА с образцов после отжига при  $T = 800$  °С показывают, что в них содержатся  $\theta$ -,  $\gamma$ -,  $\delta$ - фазы оксида алюминия. Размер кристаллитов, оценочно рассчитанный по данным РФА, составляет величину  $\sim 10$  нм, что совпадает с размерами шероховатостей в стенках каналов анодного оксида алюминия по данным РЭМ. Данные гравиметрического анализа свидетельствуют, что примесей в пленках АОА после отжига при  $T = 800$  °С не остается.

## ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ОСАЖДЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК YSZ В КАЧЕСТВЕ БУФЕРНОГО СЛОЯ ДЛЯ ВТСП-ПРОВОДОВ 2-ГО ПОКОЛЕНИЯ

Лелюк Д.П.

*МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
lelyuk\_darya@mail.ru*

Химическое осаждение из паровой фазы металлоорганических соединений (МОСVD) – одна из многих доступных в настоящее время технологий получения сверхпроводников состава  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (YBCO) и буферных слоев для них. Физические методы осаждения пленок (лазерная абляция, молекулярно-лучевая эпитаксия и магнетронное распыление) характеризуются низкой скоростью осаждения, требуют высоковакуумных условий, накладывают некоторые ограничения на размеры и обеспечивают рост пленки лишь на одной стороне подложки. Эти ограничения делают дорогостоящим использование этих методов для промышленного получения пленок YBCO в виде длинных лент и проводов.

Весьма перспективным оксидным материалом, способным выступать в качестве буферного слоя, является YSZ ( $ZrO_2$ , стабилизированный  $Y_2O_3$ ), способный образовывать эпитаксиальные пленки на текстурированных подложках. Его кубическая элементарная ячейка имеет хорошее эпитаксиальное соотношение с  $Y_2O_3$ , на котором, в свою очередь, в дальнейшем образует эпитаксиальные пленки сверхпроводник YBCO.

Нанесение YSZ непосредственно на ленту из сплава Ni(Cr,W) представляется невозможным по причине окисления поверхности ленты, приводящего к нарушению текстуры пленки. Для решения этой проблемы использовался затравочный буферный слой MgO, защищающий подложку от окисления. Ленты же из сплава Hastelloy не являются текстурированными, и слой MgO в данном случае играет роль слоя, в котором формируется текстура в процессе его осаждения по технологии IBAD. На таких гетероструктурах были получены текстурированные пленки YSZ.

В ходе работы были проведены осаждения тонких пленок YSZ на металлические ленты на основе сплава Ni(Cr,W) и сплава Hastelloy с нанесенным слоем MgO. В качестве прекурсора использовалась смесь  $Zr(thd)_4$  и  $Y(thd)_3$  в соотношении 85:15 (мол.). Полученные образцы пленок YSZ были проанализированы с помощью рентгенодифракционного анализа ( $2\theta/\omega$ -сканирование,  $\phi$ -сканирование,  $\omega$ -сканирование).

Особенностью применяемой для осаждения буферных слоев установки является нагрев лент пропускаемым через них током. При одном и том же токе ленты разного состава, толщины, ширины и цвета будут нагреваться до разных температур. В рамках данной работы была выявлена зависимость температуры, до которой нагревается лента в установке для MOCVD, от величины подводимого к ленте тока для лент на основе разных сплавов: Ni(Cr,W) (ширина 10 мм) и Hastelloy (ширина 12 мм), что позволяет сопоставить условия нанесений и отжига для обеих лент. Была исследована зависимость текстуры получаемых пленок YSZ от температуры отжига ленты со слоем MgO (для удаления  $Mg(OH)_2$  и  $MgCO_3$ , образующихся на поверхности MgO при хранении лент-подложек). Выяснено, что при увеличении температуры такого отжига возрастает доля (002)-ориентации YSZ при последующем нанесении этого слоя, а доля примесной (111)-ориентации YSZ уменьшается. Экспериментально установлено, что ток 20 - 21,2 А ( $T \approx 800^\circ\text{C}$ , 15 минут) является наиболее оптимальным для отжига ленты Hastelloy со слоем IBAD MgO. Для ленты Ni(Cr,W) наиболее эффективным является отжиг при токе 20 А ( $T \approx 800^\circ\text{C}$ , 15 минут).

## **ФОРМИРОВАНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С РАЗЛИЧНЫМ РАЗМЕРОМ ПОР**

Леньшин А.С., Середин П.В., Минаков Д.А., Ципенюк В.Н.,

Агапов Б.Л., Кашкаров В.М., Домашевская Э.П.

*Воронежский государственный университет, Воронеж*

*lenshinas@phys.vsu.ru*

Пористый кремний (por-Si) перспективен для создания оптических волноводов и лавинных светодиодов, может использоваться для создания микроактуаторов, самоуничтожающихся кремниевых чипов, различных кремниевых мембран, микрореакторов, микрорезонаторов, фотонных кристаллов чувствительных элементов в различных датчиках. Варьирование параметрами электрохимического травления, составом раствора травления, последующими обработками органическими и неорганическими соединениями, внедрение металлов и нанесение маскирующих слоев позволяют управлять функциональными характеристиками пористого слоя в целях оптимизации его практического применения в той или иной области.

В данной работе было дано сравнение и установлены взаимосвязи между оптическими характеристиками в различных структурах нано, мезо и макропористого кремния. Пористый кремний получен электрохимическим травлением монокристаллических пластин кремния разной кристаллографической ориентации и сопротивления, а также кремниевых p-n переходов в растворах плавиковой кислоты в одном случае с использованием диметилформамида.

Растровые изображения поверхности образцов были получены на электронном микроскопе компании JEOL – JSM 6380LV. Ориентация подложки при небольшой разнице в легировании слабо влияет на диаметр крупных вертикальных пор, в то же время, присутствует разница в морфологии более мелких боковых пор.

ИК-спектры пропускания были получены на ИК Фурье спектрометре Vertex 70 (Bruker) с использованием приставки для спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Для измерения спектров фотолюминесценции проводились на автоматическом спектрально-люминесцентном комплексе на основе монохроматора МДР-4. Для возбуждения фотолюминесценции были использованы лазеры с длиной волны излучения 405 нм и 532 нм.

Положение пика люминесценции для всех образцов находится в области 1,7-2,0 эВ и при возбуждении лазером с длиной волны 532 нм смещается на 0,5-0,15 эВ в сторону меньших энергий по сравнению с аналогичными спектрами, полученными при возбуждении лазером с длиной волны 405 нм.

На основе сравнения данных, полученных методом ИК-спектроскопии с фотолюминесцентными характеристиками образцов отметить следующие закономерности: во-первых, на ИК-спектрах всех образцов, имеющих наиболее яркую фотолюминесценцию в оптическом диапазоне в значительной степени выражена полоса, характерная для связи Si-Si ( $616 \text{ см}^{-1}$ ), при этом для образцов с меньшей ФЛ эта полоса проявляется слабее и исчезает для образцов не обладающих ФЛ свойствами. Данную закономерность можно объяснить присутствием в образцах с яркой люминесценцией значительного количества нанокристаллов/ кластеров неокисленного кремния. Во-вторых, особенностью ИК-спектров образцов, обладающих яркой фотолюминесценцией, является наличие полосы поглощения Si-H связей в области ( $2100\text{-} 2140 \text{ см}^{-1}$ ).

Учитывая то, что данные связи являются достаточно слабыми, они могут активно принимать участие в различных естественных или технологических поверхностных процессах, таких как окисление, карбонизация и т.п., приводящих к усилению или ослаблению люминесцентных свойств  $\text{por-Si}$ , что так же предполагает развитие возможностей управления функциональными характеристиками структур пористого кремния для нужд оптоэлектроники.

## **ЗОННАЯ СТРУКТУРА ЗИГЗАГООБРАЗНЫХ ГРАФЕНОВЫХ НАНОЛЕНТ В МОДЕЛИ GGA-PBEsol**

Нгуен В.Ч., Ершов И.В., Илясов В.В.

*Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону  
chuongnguyen11@gmail.com*

Успехи в области микро- и нанозлектроники во многом зависят от понимания зонной структуры и электронных свойств твердых тел. В связи с этим возросла роль теоретических и экспериментальных исследований электронной структуры. Зонная структура зигзагообразных графеновых нанолент изучена в рамках теории функционала плотности (DFT) в модели GGA-PBEsol. Вычисления проводились с использованием программы Quantum Espresso [1]. Для плоских волн, использованных в разложении псевдоволновых функций, энергия обрезания составляла от 450 eV до 545 eV. Результаты расчетов на сходимость по поверхностной энергии и межплоскостным расстояниям подтвердили, что энергия обрезания более 400 eV и плоская сетка размерностью  $15 \times 1 \times 1$  являются достаточными. Такая сетка включает в себя в том числе и точку высокой симметрии Г, что необходимо для правильного описания уровня Ферми в графеновых структурах.

Наноленты интересны тем, что обладают нелинейным законом дисперсии и металлическими или полупроводниковыми свойствами, которые зависят от ширины ленты и расположения атомов на границах. Графеновые наноленты благодаря этому рассматриваются как важный шаг в создании транзистора на основе графена, который будет работать при комнатной температуре. Структура зигзагообразных графеновых нанолент (ZGNRs) пассивированна водородом. На каждом крае ленты наблюдается незначительное изменение атомной структуры и индуцируются конечные магнитные моменты. Спин-поляризованные расчеты в рамках PBEsol показали, что ZGNRs обладают ферромагнитным упорядочением в случае параллельной ориентации спинов, и антиферромагнитным упорядочением в случае антипараллельной ориентации спинов между двумя краями. Зонная структура 8-ZGNRs показана на рис. 1.

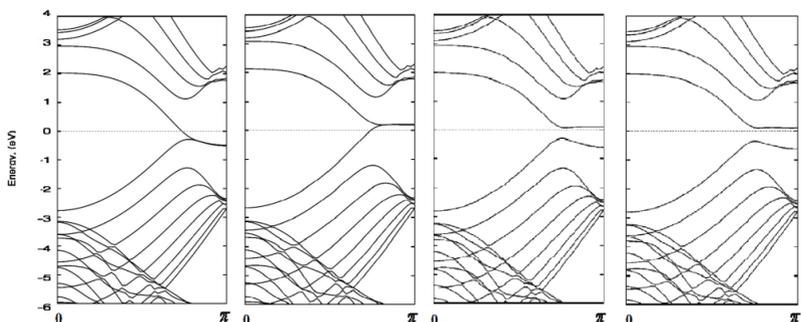


Рис. 1. Зонная структура 8-ZGNRs с ферромагнитным (2 левых - со спином вверх и вниз, соответственно) и с антиферромагнитным (2 правых - со спином вверх и вниз, соответственно) упорядочениями.

В модели GGA-PBEsol, разница полных энергий между ферромагнетиком и антиферромагнетиком 8-ZGNRs составляет 0,7 eV, что согласуется с расчетом в LSDA приближении. ZGNRs становятся металлическими в случае параллельной ориентации спинов или полупроводниковыми – при антипараллельной ориентации спинов.

На основе *ab initio* расчетов можно сделать вывод о том, что при описании зонной структуры ZGNRs с использованием приближений GGA-PBEsol и LDA, для обменно-корреляционного функционала, полученные результаты по зонной структуре находятся в хорошем согласии, что позволяет использовать полученные здесь представления об электронной структуре и свойствам графеновых нанолент типа «зигзаг» для моделирования элементов устройств для спинтроники.

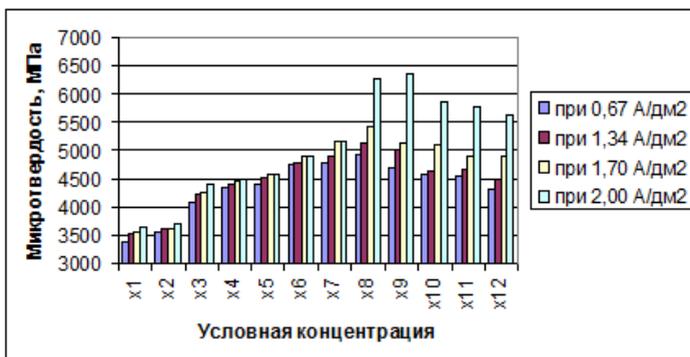
1. P. Giannozzi et al. J. Phys.: Cond. Matter 21, 395 502 (2009).

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В КАЧЕСТВЕ УПРОЧНЯЮЩЕЙ ДОБАВКИ КОМПОЗИЦИОННОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ

Маслов А.Л., Полушин Н.И., Овчинникова М.С.  
НИТУ «МИСус», Москва  
anatmaslov@mail.ru

Металлические покрытия с нанодисперсными наполнителями обеспечивают повышенные физико-механические характеристики изделиям.

Успешно развивается технология электроосаждения композиционных электрохимических покрытий (КЭП). Включение дисперсных материалов в металлическую матрицу значительно изменяет свойства покрытий: повышает их износостойкость, термическую и коррозионную стойкость. Электрохимический метод осаждения отличается такими преимуществами, как сравнительная простота нанесения покрытий непосредственно на детали, достаточно низкая себестоимость, незначительное влияние покрытий на свойства покрываемого материала детали.



Средние значения микротвердости никелевого КЭП в зависимости от концентрации нанопорошка оксида алюминия в электролите при разных плотностях тока

Ранее были проведены исследования гальванического никелевого покрытия с наноалмазами, позволившие получить очень высокие прочностные характеристики такого КЭП. С целью поиска новых технологических решений и снижения экономических затрат производства интерес представляет изучение влияния на свойства никелевого КЭП других дисперсных наполнителей. Было проведено исследование дисперсного упрочнения никелевого КЭП наночастицами оксида алюминия. Использование оксида алюминия в качестве

упрочняющей фазы для гальваностегии объясняется его свойствами: высоким модулем сдвига, не электропроводностью, химической инертностью к электролиту, нанодисперсностью частиц.

В данном докладе обсуждается возможность использования нанодисперсного порошка оксида алюминия, полученного методом электрического взрыва алюминиевого проводника в кислородосодержащей атмосфере, в качестве упрочняющей фазы никелевого КЭП. Приводятся результаты влияния наличия наночастиц оксида алюминия и параметров осаждения покрытия на прочностные свойства такого КЭП. Представлены полученные данные зависимости микротвердости никелевого КЭП от концентрации нанопорошка в электролите и значения плотности тока осаждения. Выявлено, что наличие наночастиц оксида алюминия увеличивает микротвердость никелевого КЭП, при этом найдены оптимальные значения концентраций нанопорошка, при которых микротвердость максимальна. В результате удалось повысить значения микротвердости в 2 раза по сравнению с чистым никелевым покрытием.

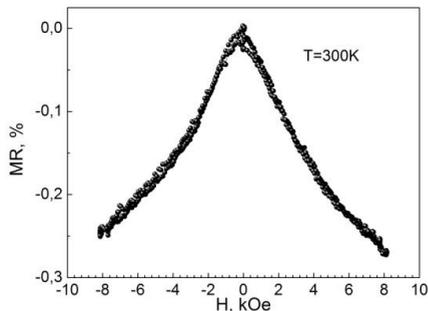
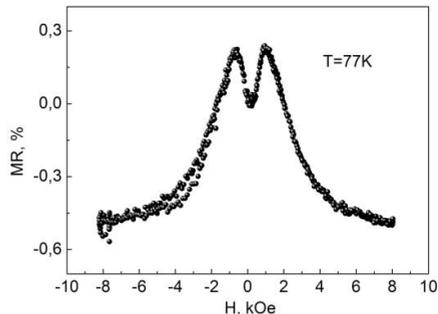
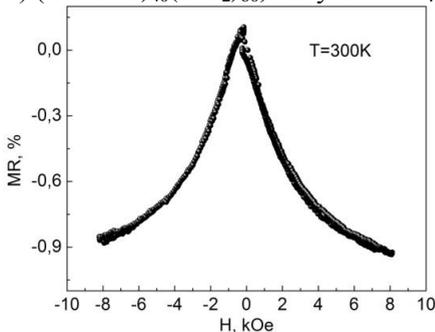
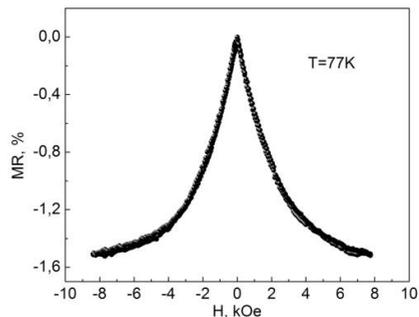
Использование нанодисперсного оксида алюминия в качестве наномодификатора электрохимического покрытия позволяет повысить срок службы алмазного инструмента на гальванической связке. Износостойкость сверла с никелевой связкой, модифицированной наночастицами оксида алюминия, возрастает в 3 раза по сравнению с традиционным сверлом.

## **ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ НАПЫЛЕНИЯ НА АНИЗОТРОПИЮ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПЛЕНОК $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$**

Полубавкина Ю.С., Стогней О.В.

*Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
sto@sci.vrn.ru*

Исследование магнитных свойств нанокompозитов системы  $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$  показало наличие в них анизотропии, ориентированной в направлении перпендикулярном плоскости пленки [1]. Для композитов с кристаллической ферромагнитной фазой (Co-AlO и Co-SiO) наличие такой анизотропии приводит к появлению аномального положительного магнитосопротивления [2]. В данной работе проведено исследование влияния условий получения на ростовую магнитную анизотропию аморфных композитов  $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ .

а)  $(\text{CoNbTa})_{40}(\text{SiO}_2)_{60}$ , получен в Ar.б)  $(\text{CoNbTa})_{40}(\text{SiO}_2)_{60}$ , получен в Arв)  $(\text{CoNbTa})_{60}(\text{SiO}_2)_{40}$ , получен при периодическом добавлении  $\text{O}_2$  в Ar.г)  $(\text{CoNbTa})_{60}(\text{SiO}_2)_{40}$ , получен при периодическом добавлении  $\text{O}_2$  в ArРисунок 1 – Полевые зависимости магнитосопротивления (MR) композитов  $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ 

Исследование магнитосопротивления при комнатной температуре показало, что магнитная анизотропия не проявляется (рис. 1 а), так как не выполняется соотношение между энергией анизотропии ферромагнитных нанозерен и тепловой энергией (эти энергии должны быть соизмеримы). Охлаждение композитов до 77 К (более низкое значение  $kT$ ) показало, что в системе  $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$  появляется аномальное положительное магнитосопротивление (рис. 1 б), что согласуется с наличием анизотропии в системе.

Для предотвращения анизотропии были изменены условия получения композитных пленок  $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ . В процессе распыления в камеру периодически добавлялся кислород, что должно было способствовать созданию сильно-окисленных слоев композита, препятствующих формированию протяженных кластеров в направлении роста пленки. Измерения магнитосопротивления данных образцов показали, что магнитная анизотропия отсутствует как при комнатной температуре, так и при 77К (рис. 1 в, г).

1. О.В. Стогней, А.В. Ситников. Физика твердого тела, 2010, том 52, вып. 12.-С.2356-2364.
2. О.В. Стогней, А.В. Ситников. Физика твердого тела, 2007, том 49, вып. 1.-С.158-164.

## **ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК $Nb_2O_5$ МЕТОДОМ ИОННО-ЛУЧЕВОГО РАСПЫЛЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКОЙ МИШЕНИ**

Семененко К.И., Каширин М.А., Стогней О.В.

*Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
konst1990i@yandex.ru*

Исследована технология получения тонких пленок  $Nb_2O_5$  методом ионно-лучевого распыления мишени, состоящей из навесок чистого  $Nb_2O_5$  полученных по керамической технологии. Рентгенографические исследования показали, что спеченные навески состоят из однофазного  $Nb_2O_5$ .

Получение пленок проводилось двумя способами:

- ионно-лучевым распылением мишеней в среде инертного газа;
- реактивным ионно-лучевым распылением мишеней в смешанной атмосфере (добавление кислорода в область мишени).

Установлено, что независимо от способа получения пленки, находящиеся в исходном состоянии, являются рентгеноаморфными. Это следует из анализа дифрактограмм (рис. 1) на которых имеются широкие максимумы (гало) в области малых углов и отсутствуют пики, которые не совпадали бы с пиками от ситалловой подложки, на которой находились образцы.

Все образцы, подвергались отжигу на воздухе при 300, 450 и 600 °С. В результате отжига при 600 °С пленка кристаллизуется, о чем свидетельствует появление пиков на дифрактограммах (рис. 2). В пленках, полученных реактивным распылением, формируется стехиометричная фаза  $Nb_2O_5$ . Пленки, полученные в среде инертного газа, имеют в своем составе не только фазу  $Nb_2O_5$  (рис. 2), но и фазу, близкую к  $Nb_4O_5$ . Это можно объяснить нехваткой кислорода при формировании пленки, так как часть кислорода из навесок может откачиваться системой создания и поддержания вакуума в рабочей камере. Прочие пики на дифрактограммах соответствуют структуре подложке (ситалл) на которую напылялась тонкая пленка.

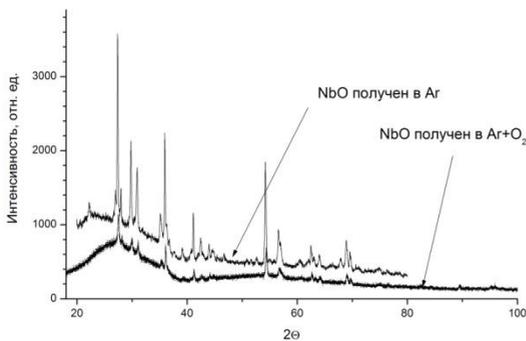


Рис. 1. Дифрактограммы исходных пленок  $Nb_2O_5$ . Все пики на дифрактограммах принадлежат ситалловой подложке.

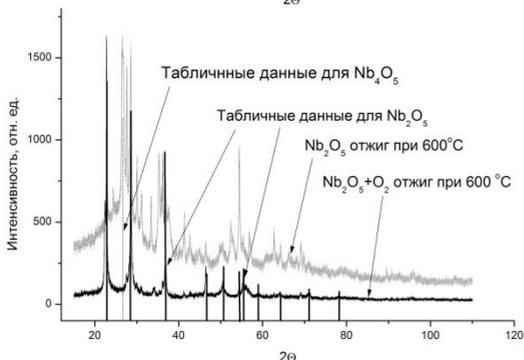


Рис. 2. – Дифрактограммы отожженных пленок  $Nb_2O_5$

В работе представлены данные о структурном анализе исходных и поэтапно отжигаемых пленок. Представлен подбор структур  $Nb_2O_5$  используя пакет DIFFRAC.EVA.V2.1.

**ПЛЕНКИ  $Fe_{48-98}Zr_{2-34}N_{0-18}$ : МАГНЕТРОННОЕ НАПЫЛЕНИЕ, ФАЗОВО-СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА**

Харин Е.В.<sup>1</sup>, Теджетов В.А.<sup>1</sup>, Труханов П.А.<sup>2</sup>, Шефтель Е.Н.<sup>1</sup>,

Кируханцев-Корнеев Ф.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>НИТУ «МИСИС», Москва

velmurad@ya.ru

Нанокристаллические плёнки квазиэвтектических сплавов Fe-ZrN являются новым классом магнитомягких ферромагнитных материалов, характеризующихся высокой намагниченностью насыщения, малой коэрцитивной силой и термической стабильностью [1]. Поскольку магнитные свойства таких плёнок определяются их химическим составом и фазово-структурным состоянием, которое в свою очередь сильно

зависит от условий магнетронного напыления, важнейшей задачей является изучение взаимосвязи между этими параметрами.

Для получения плёнок Fe-Zr-N с различным содержанием Zr использовали мишени  $\text{FeZr}_X$  ( $X = 2,4, 5,3$  и  $13,4$  масс.%), представлявшие собой Fe диск с равномерно распределенными по нему кусочкам Zr. В камере магнетрона под действием плазменного факела происходило поверхностное плавление Fe и Zr, образующих сплав в зоне эрозии. Перед каждым распылением мишень с образовавшейся Fe-Zr зоной эрозии перегревалась выше температуры Кюри, что делало возможным процесс распыления. Осаждение велось в газовой атмосфере состава Ar,  $\text{Ar}+5\%\text{N}_2$  и  $\text{Ar}+15\%\text{N}_2$  при общем давлении  $p_{\text{Ar}+\text{N}_2}$  0,1-1 Па. В качестве подложек использовали пластины из стекла и Ni сплава. После напыления плёнки подвергали вакуумному и окислительному отжигу при температурах 400 и 500°C в течение 1 часа для исследования их термической стабильности. Химический состав и морфологию плёнок изучали методами оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда, энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и растровой электронной микроскопии. Оценка фазового состава проводилась при помощи рентгеновской диффрактометрии. Магнитные свойства были измерены на вибрационном магнитометре.

Результаты исследований показали, что использованный в работе метод распыления магнитных мишеней позволяет получать плёнки ферромагнитного материала с плотной структурой и равномерно распределенными по толщине основными компонентами. Химический состав плёнок меняется в зависимости от условий напыления в пределах: 48-98 ат.% Fe, 2-34 ат.% Zr и 0-18 ат.% N. Пленки обладают высокой адгезией к подложкам из стекла. Изучена взаимосвязь фазово-структурного состояния плёнок в исходном состоянии от состава мишени, парциального давления азота в газовой смеси магнетрона и температуры подложки. В пленках образуется различное сочетание следующих нанокристаллических фаз: ОЦК твёрдый раствор на основе  $\alpha\text{-Fe}$ ,  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ ,  $\varepsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  и ГЦК-ZrN с размерами зерен от 5 до 38 нм для соответствующих фаз. В пленках, полученных в атмосфере Ar (без  $\text{N}_2$ ), помимо нанокристаллической ОЦК фазы на основе  $\alpha\text{-Fe}$ , в зависимости от температуры подложки и величины  $p_{\text{Ar}}$ , образуется либо рентгеноаморфная фаза состава близкого к  $\text{FeZr}_2$ , либо нанокристаллическая ГЦК фаза  $\text{ZrO}_2$ . Отжиг в вакууме при 400°C приводит к незначительным изменениям фазово-структурного состояния: увеличивается размер зерна образующихся фаз, меняется их количественное соотношение и уменьшается параметр кристаллической решетки ОЦК фазы. Отжиг при 400 и 500°C в окислительной атмосфере

приводит к появлению дополнительной кристаллической ГЦК фазы  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  с размером зерна от 30 до 70 нм. Высокая адгезия плёнок к стеклянным подложкам сохраняется после отжига при температурах 400 и 500°C. Показано, что в зависимости от фазового состава магнитные свойства исследованных плёнок изменяются в широких пределах: намагниченность насыщения в диапазоне 0,07÷2,14 Тл и коэрцитивная сила в диапазоне 1÷80 Э.

*Данная работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (12-02-00116а) и Научной школы РФ (НС-3050.2012.3).*

[1] Шефтель Е.Н. Магнитомягкие нанокристаллические плёнки сплавов Fe–тугоплавкая фаза внедрения для применения в устройствах магнитной записи. *Материаловедение*, 2009, №4, с.10-17.



---

***СЕКЦИЯ 3***

***Объемные наноматериалы***

---

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

### **НАНОМАТЕРИАЛЫ В ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ: НОВЫЕ ПОДХОДЫ И НЕРЕШЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ**

Андриевский Р.А.

*Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка  
ara@icp.ac.ru*

Практически все наноматериалы, за исключением супрамолекулярных, являются существенно неравновесными. Это обусловлено обильным наличием поверхностей раздела в виде межзеренных и межфазных границ, а также их тройных стыков, присутствием остаточных напряжений, дефектов, сегрегаций и избыточных фаз. Вполне очевидно также, что термические, радиационные, деформационные, коррозионные и другие воздействия могут привести к рекристаллизационным, релаксационным и гомогенизационным изменениям, способствуя аннигиляции наноструктуры и необратимому изменению (ухудшению) физико-химических и физико-механических свойств, а также соответственно эксплуатационных характеристик. Проблема стабильности наноматериалов в экстремальных условиях начала привлекать внимание в последние несколько лет. Высокие температурные и деформационные поля, радиационные и коррозионные среды характерны для многих установок энергомашиностроения, атомной, ракетной и авиационной современной техники и особенно для устройств нового поколения. Заманчивая перспектива применения в экстремальных условиях неравновесных наноматериалов с их уникальными характеристиками требует всестороннего обсуждения. В этом плане наиболее общие требования предъявляются к радиационно-стойким и термически устойчивым объектам применительно к их использованию в новых быстрых реакторах и термоядерных установках.

Благодаря обильному наличию поверхностей раздела в наноструктурах создаются благоприятные условия для удаления радиационных дефектов и это делает наноматериалы более толерантными к влиянию облучения по сравнению с их крупнозернистыми аналогами. В докладе обобщены данные о влиянии облучения на свойства металлов, сплавов и соединений в нанокристаллическом состоянии. Детально изложены современные достижения в разработке наноматериалов на основе легированных сталей и карбида кремния; проанализировано влияние облучения на ускорителях высокоэнергетическими ионами, а также в условиях воздействия нейтронами в реакторных экспериментах.

Описаны также результаты микроскопических подходов и моделирования методами молекулярной динамики. Обращено внимание на проявление аномального роста зерен, который нивелирует возможные преимущества наноматериалов как радиационно-стойких объектов.

В последнее время расширилось изучение поведения наноматериалов в коррозионных средах. С общей точки зрения границы зерен как области с разупорядоченной структурой наиболее подвержены взаимодействию с окружающей агрессивной средой. Но с другой стороны известно также, что диффузионная подвижность атомов в районах, примыкающих к межзеренным границам, повышена. В силу последнего обстоятельства приток атомов для образования защитных слоев, пассивирующих поверхность и предотвращающих коррозию, может быть интенсифицирован и взаимодействие с окружающей средой будет замедленно. Помимо этих двух противоборствующих факторов, важную роль играет и сама по себе стабильность материала защитных пленок. Отмеченный сложный характер влияния наноструктуры на коррозионные характеристики сказывается на неоднозначности трактовок опытных данных в этой области. На примере окисления и поведения в минеральных кислотах характеризуются коррозионные свойства наноматериалов на основе хрома, циркония, никеля и тугоплавких соединений.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ОБРАЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ**

Абросимова Г.Е., Аронин А.С.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка  
gea@issp.ac.ru*

Обсуждаются особенности образования нанокристаллической структуры при кристаллизации металлических стекол, полученных скоростной закалкой расплава. Образование нанокристаллов в аморфной фазе может происходить при нагреве и деформации, фазовые превращения из аморфной в кристаллическую структуру при этих воздействиях могут существенно различаться. Поскольку структурные составляющие наноматериалов имеют экстремально малые размеры, процессы фазовых превращений, структура, формирующаяся при кристаллизации, и свойства образующегося материала отличаются от соответствующих характеристик аморфных и традиционных кристаллических материалов. Кристаллизации часто предшествуют изменения в структуре аморфной фазы, которые оказывают существенное

влияние как на процесс кристаллизации, так и на формирующуюся при кристаллизации структуру.

Рассмотрены несколько разных случаев изменения структуры аморфной фазы и особенностей формирующейся кристаллической структуры:

1. Установлено, что в металлических стеклах системы Fe-B отжиг в пределах аморфного состояния может приводить к образованию двухфазной кристаллической структурой с размером зерна, различающимся в 10 раз в зависимости от длительности отжига, что обусловлено изменениями в структуре аморфной фазы, происходящими при отжиге. В металлическом стекле Fe-B-P низкотемпературный отжиг может приводить к расслоению аморфной фазы на области, характеризующиеся разными температурами Кюри.

2. Показано, что для создания структуры разного типа можно осуществлять процесс кристаллизации по разному механизму. Так, использование изотермических отжигов при низкой температуре при более высоких температурах ( $> 400^{\circ}\text{C}$ ) позволило осуществить кристаллизацию металлического стекла системы Fe-Zr по механизму зарождения и роста, а при низких температурах ( $100\text{-}200^{\circ}\text{C}$ ) – по механизму спинодального распада.

3. Применение термообработки и пластической деформации к металлическим стеклам системы Al-Ni-Y способствует образованию нанокристаллов алюминия в аморфной матрице во всех исследованных системах, однако полученная структура заметно различается. При термообработке образование нанокристаллов происходит равномерно по образцу, нанокристаллы представляют собой выделения чистого алюминия, в случае пластической деформации нанокристаллы алюминия расположены в полосах сдвига – областях локализации пластической деформации – местах облегченного диффузионного массопереноса.

4. Расслоение аморфной фазы может происходить и непосредственно в процессе получения аморфного сплава. При уменьшении длины теплового контакта ленты с поверхностью охлаждающей подложки при закалке лента сходит с колеса при более высокой температуре, вследствие чего при последующем охлаждении на воздухе в ней могут происходить как процессы структурной релаксации, так и другие перестройки структуры. После закалки с меньшей скоростью охлаждения образец  $\text{Al}_{85}\text{Ni}_{12}\text{Y}_3$  содержал две аморфные фазы, каждая из которых при последующем нагреве кристаллизовалась независимо друг от друга с формированием разных кристаллических фаз.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 12-02-00537 и 13-02-00232).*

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ  
МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ МЕТОДОМ  
ВИНТОВОЙ ЭКСТРУЗИИ**

Варюхин В.Н., Бейгельзимер Я.Е.

*Донецкий физико-технический институт им. А. А. Галкина НАН Украины,  
Донецк, Украина  
svmiro@mail.ru*

Наноструктурные (НС) титановые сплавы получают путем специальной деформационной обработки стандартных титановых сплавов, без изменения их химического состава. Такая обработка называется интенсивной пластической деформацией (ИПД) и развивается уже более 20 лет во многих лабораториях России, США, Германии, Франции, Австрии, Японии, Австралии, Кореи, Китая, Украины и других стран. Последние 2-3 года предпринимаются попытки опытно-промышленного внедрения ИПД для производства НС титана медицинского назначения.

Доклад состоит из трех разделов.

В первом, представлены технологии и оборудование для получения полуфабрикатов НС титановых сплавов методом винтовой экструзии (ВЭ). Этот процесс предложен и развит в ДонФТИ НАН Украины, и в настоящее время признан в мире как один из наиболее эффективных методов ИПД. Проанализированы физические механизмы воздействия ВЭ на структуру и свойства титановых сплавов.

Во втором разделе доклада приведены данные о структурах и свойствах НС полуфабрикатов. Показано, что в сравнении с традиционными, их отличает: более высокая статическая прочность (от 20% до 200%), в сочетании с повышенной пластичностью; более высокая усталостная прочность (от 10% до 50%); высокая однородность структуры на микронных масштабах, гарантирующая малый разброс свойств, при заданной технологии обработки сплава; практически полное отсутствие текстуры и анизотропии; повышенная технологичность сплавов при обработке резанием, обеспечивающая возможность изготовления прецизионных узлов и деталей.

В третьем разделе доклада анализируются перспективы применения полуфабрикатов НС титановых сплавов в медицине.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**АМОРФНО – НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ**

Глезер А.М., Сундеев Р.В., Шурыгина Н.А.

*Институт металловедения и физики металлов им. Г.В. Курдюмова,*

*ГНЦ «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина, Москва*

*a.glezer@mail.ru*

В последние годы большое внимание уделяется исследованию аморфных и нанокристаллических материалов. На стыке этих двух классов материалов находятся аморфно - нанокристаллические материалы, которые по уровню физико-механических свойств в ряде случаев превосходят, как свойства нанокристаллических, так и аморфных материалов, создавая тем самым синергетический эффект. Наиболее распространенным способом получения объемных нанокристаллических материалов с высокими функциональными характеристиками является контролируемая нанокристаллизация аморфного состояния, полученного, в свою очередь, методом спиннингования расплава.. Термин «нанокристаллизация» означает, что продукты кристаллизации имеют в этом случае наноразмеры (менее 100 нм). Переход из аморфного состояния в нанокристаллическое является фазовым переходом первого рода, поэтому в процессе нанокристаллизации, возникают двухфазные структуры. Необычность подобных материалов с аморфно - нанокристаллической структурой состоит в том, что структурно - фазовые составляющие такой системы кардинальным образом различаются между собой по характеру атомной структуры: неупорядоченная на атомном уровне аморфная матрица и полностью упорядоченные (кристаллические) выделения.

В данном обзоре последовательно рассмотрены способы получения аморфно-кристаллических материалов (закалка из расплава, контролируемая кристаллизация, деформационное воздействие, импульсная (фотонная, лазерная и ультразвуковая) обработка, напыление тонких пленок, ионная имплантация). Приводится подробная информация о структурных особенностях перехода из аморфного состояния в нанокристаллическое при тепловых и деформационных воздействиях. Проанализированы теоретические и экспериментальные исследования, в которых описаны механизмы пластической деформации и особенности формирующихся физико – механических свойств. Рассмотрены области практического применения аморфно – нанокристаллических сплавов.

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

Аронин А.С., Абросимова Г.Е., Матвеев Д.В., Першина Е.А.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

*aronin@issp.ac.ru*

Методами просвечивающей и высокоразрешающей электронной микроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии, рентгенографии и измерения магнитных свойств исследована эволюция структуры и свойств аморфной фазы при деформации, приводящей к образованию наноструктуры в аморфных сплавах на основе железа и алюминия. Использование различных методов деформационного воздействия, в том числе интенсивной пластической деформации, позволяет расширить группу сплавов, в которых образуется аморфно-нанокристаллическая структура, по сравнению с группой сплавов, получаемых при термообработке.

Аморфные сплавы в виде ленты были получены методом скоростной закалки расплава на быстровращающийся диск. Деформация осуществлялась методами кручения под высоким давлением (при комнатной и повышенной температурах) и многократной прокатки. Приведены данные по структуре и морфологии нанокристаллов, образующихся под действием деформации в аморфных сплавах системы Fe-Si-B и легких сплавов на основе алюминия. Проведено сравнительное изучение наноструктуры, образующейся при деформации и термообработке.

Кристаллизация сплавов на основе алюминия происходит с образованием нанокристаллов Al, сплавов на основе железа – с образования нанокристаллов Fe (Si). Первоначально нанокристаллы размером 5-15 нм образуются в зонах локализации пластической деформации. С увеличением степени деформации нанокристаллизация захватывает весь образец и структура становится более равномерной. Для сплавов на основе алюминия определены значения коэффициентов диффузии, характерных для аморфной фазы в полосах сдвига, и показано, что основной причиной увеличения диффузионных коэффициентов в местах локализации пластической деформации (полосах сдвига) являются структурные изменения аморфной фазы в этих местах, в частности, повышенная концентрация в них свободного объема. Происходящие структурные изменения обеспечивают повышенное значение коэффициента диффузии в полосах сдвига, которые достаточны для протекания фазовых превращений и образования нанокристаллов

алюминия при выдержке при комнатной температуре уже после завершения процессов деформирования.

Измерена зависимость гистерезисных свойств от степени деформации и последующей термообработки. Образующаяся в результате деформации сплавов на основе железа наноструктура демонстрирует повышенные значения намагниченности насыщения, которые зависят от степени деформации и значительно превосходят намагниченность насыщения для сплавов типа FINEMET. Получены данные о дополнительной фрагментации нанокристаллов результате фазовых превращений, вызванных деформацией.

*Финансовая поддержка РФФИ (проекты 12-02-00537, 13-02-00232, частично) с благодарностью подтверждается.*

### **ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССОВ ВОЗВРАТА НА СТРУКТУРУ И МАРТЕНСИТНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ TiNi ПОСЛЕ ИПД**

Батурин А.А.<sup>1</sup>, Гришков В.Н.<sup>1</sup>, Лотков А.И.<sup>1</sup>,  
Копылов В.И.<sup>2</sup>, Тимкин В.Н.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup>*Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск, Беларусь*  
*abat@ispms.tsc.ru*

Исследование термической стабильности материалов с ультрамелкозернистой структурой (УМЗ), полученной в результате воздействия больших пластических деформаций является актуальной задачей, поскольку микроструктура таких материалов является неравновесной. Для сплавов на основе никелида титана перспективным методом изучения процессов, происходящих при нагреве, является исследование удельного электросопротивления  $\rho$ , которое для деформированных образцов при температурах выше температуры обратного мартенситного превращения (МП)  $B19' \rightarrow B2$  или  $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$ , является интегральной структурно - чувствительной характеристикой состояния  $B2$  фазы. Величина  $\rho$  повышается, как правило, при уменьшении размеров фрагментов зеренно – субзеренной структуры сплава за счёт увеличения рассеяния от границ зёрен и наличия высоких остаточных внутренних напряжений, связанных с точечными и линейными дефектами кристаллической решетки  $B2$  фазы. В температурной области протекания активных диффузионно – контролируемых процессов наблюдается релаксация внутренних остаточных напряжений, а при повышенных температурах (720 – 770К) возможна рекристаллизация структуры, возникшей при деформировании.

Таким образом, исследования температурных зависимостей  $\rho(T)$  при нагреве образца позволяют получить важную информацию о температурных интервалах протекания термически активируемых процессов, необходимую для последующих целенаправленных исследований структурными методами вызывающих их факторов.

В работе исследовали сплавы  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  и  $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$  (ат.%). АВС прессование образцов кубической формы включало многократное повторение в изотермическом режиме операций свободной осадки в трех взаимоперпендикулярных направлениях. Суммарная деформация вдоль каждого направления при всех температурахковки была одинакова и достигала 70%. Равноканально-угловое прессование проводили при температуре 723К. Тип дефектов структуры контролировали методом позитронной спектроскопии.

РКУ и АВС прессование при повышенных температурах ( $T_k \geq 723K$ ), приводящее к эволюции от крупнозернистой структуры сплава к мелкозернистой структуре сопровождается повышением удельного электросопротивления сплава. Послековки при пониженных температурах, ( $T_k \leq 673$  К), в результате которой формируется микроструктура на основе субмикроструктурной и нанокристаллической фракций, интенсивный прирост удельного электросопротивления прокованных образцов обусловлен как измельчением фрагментов зеренно-субзеренной структуры, так и остаточными внутренними напряжениями, значительная часть которых релаксирует при последующем медленном нагреве в интервале температур 473-673 К. Отсутствие изменения последовательности превращений после нагрева до 673 К и слабое влияние на температуры формирования R и B19' мартенситных фаз ( $T_R$  и  $M_n$ ) дает основание предполагать, что полученное ультрамелкозернистое состояние обладает достаточной термической устойчивостью (по крайней мере, до 673 К), а изменения фиксируются только при нагреве до 700-730К, когда, согласно электронно-микроскопическим исследованиям, начинается развитие рекристаллизационных процессов.

*Работа поддержана проектом СО РАН III.23.2.2, проектом №27 фундаментальных исследований НАН Беларуси и СО РАН и Программой президиума РАН № 8, проект 21.*

## ОСОБЕННОСТИ ВАКУУМНОГО СПЕКАНИЯ НАНОПОРОШКОВ КАРБИД ВОЛЬФРАМА-КОБАЛЬТ ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЫ

Благовещенский Ю.В.<sup>1</sup>, Исаева Н.В.<sup>1</sup>, Мельник Ю.И.<sup>1</sup>,

Благовещенская Н.В.<sup>1</sup>, Левинский Ю.В.<sup>2</sup>, Вольдман Г.М.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*Московский государственный университет тонких химических технологий*

*им. М.В. Ломоносова, Москва*

*yuriblag@imet.ac.ru*

Большое количество работ посвящено исследованию процессов формирования твердых сплавов со структурой, приближающейся к наноразмерной. Для этих целей используются как можно более мелкие порошки, полученные различными методами, добавки карбидов-ингибиторов и высокоэнергетические методы спекания. Применение этих материалов и методов вносит свои особенности и технологические сложности в процессы спекания. В данной работе предпринята попытка рассмотреть влияние на режимы традиционного вакуумного спекания использования нанопорошков карбида вольфрама и твердосплавных композиций с введенными карбидами-ингибиторами, полученными с применением термической плазмы.

Порошки составов WC-6Co-0,7VC и WC-10Co-1VC имели удельную поверхность 5-8 м<sup>2</sup>/г и регулируемое в пределах 0,1-0,3% содержание свободного углерода.

Полученные порошки прессовались со связкой ПЭГ при различных давлениях прессования. Вакуумное спекание проводилось после отгонки связки в водороде. Было изучено влияние температуры (1340-1450°С) и времени (0,25-1,5 час) спекания на свойства сплавов. Спеченные твердые сплавы исследовались рядом методов: определялась их плотность, твердость по Виккеру, трещиностойкость, исследовалась микроструктура с помощью РЭМ.

Из-за низкой насыпной плотности порошков и плохой прессуемости плотность прессовок была низкой, что должно было привести к сильным усадкам. Поэтому порошки механообработывались в твердосплавных емкостях, что повышало плотность прессовок до приемлемых 0,55 от теоретической.

Было показано, что содержание углерода и кислорода принципиально влияет на состав и свойства получаемых сплавов. Если процесс синтеза нанопорошка монокарбида не завершен, т.е. в материале присутствуют другие фазы вольфрама, а также свободный, т.н. “активный” углерод, то при спекании происходят процессы аномального роста частиц карбида, часто с образованием двойниковых структур. Кислород присутствующий

в исходном материале при спекании приводит к появлению двух негативных эффектов – образованию  $\eta$ -фазы (двойных карбидов  $Co_xW_yC$ ), а также к появлению наноразмерной пористости и невозможности из-за достичь высокой плотности твердого сплава.

Сохранение наноструктуры при спекании нанопорошков WC-Co невозможно без введения карбидов-ингибиторов, способствующих подавлению роста зерна карбида вольфрама. В качестве ингибиторов в работе использовались карбиды ванадия, хрома и тантала. Было показано, что оптимальное количество WC для состава твердого сплава с 6%Co составляет 0,7%, а для сплава с 10% - 1% карбида ванадия. Введение карбидов тантала и хрома повышает физико-механические свойства сплавов.

Для достижения высокой плотности температуры спекания, оказалось, надо иметь выше, чем на традиционных сплавах. Оптимальной для составов с 6 и 10% кобальта была  $T_{спек}=1430^{\circ}C$ . Также оптимальное время спекания составляло 1 ч.

Твердость  $HV_{10}$  сплавов достигала от 19,5 ГПа для BK10 до 22ГПа для BK6.  $K_{IC}=12-14$

Структура полученных твердых сплавов отличается бимодальным распределением размеров карбидных зерен – на фоне частиц 0,1-0,2 мкм и менее присутствуют отдельные частицы около 1 мкм.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ. Грант № 13-03-00339 а*

## **ОБЪЕМНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ МИКРО- И НАНОПОРОШКОВ НИТРИДОВ ЖЕЛЕЗА**

Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Гнедовец А.Г.,

Зеленский В.А., Ковалев Е.П.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
alymov@imet.ac.ru*

Нитриды железа характеризуются уникальным сочетанием высокой прочности, износо- и коррозионной стойкости и магнитных свойств. Это делает привлекательным использование материалов на основе азотированных порошков железа во многих технологических приложениях, в частности, для создания элементов электроники и магнитных материалов [1]. Методами порошковой металлургии из легированных наночастиц железа можно производить высокоазотистые стали с улучшенными прочностными и антикоррозионными характеристиками и одновременно экономить дорогие легирующие

элементы (Ni, Mn и др.). Особый интерес представляют безникелевые азотистые порошковые стали, которые применяются в биомедицине [2].

При производстве порошковых высокоазотистых сталей предварительно азотированный порошок с известным содержанием азота смешивается с необработанным порошком железа в пропорции, обеспечивающей желаемую концентрацию азота. В процессе горячего прессования нитридная фаза распадается, и азот частично выходит в окружающую атмосферу, а также перераспределяется между контактирующими между собой азотированными и нелегированными частицами железа.

В данной работе в качестве прекурсоров для создания объемных консолидированных материалов использовались смеси легированных нанопорошков железа, полученных методом низкотемпературного газового азотирования [3], и микронного порошка карбонильного железа. Нанопорошки железа быстро и эффективно азотируются в потоке аммиака атмосферного давления при температурах 200–500 °С. В частности, в порошках с размером частиц 40 нм уже через 10 мин химико-термической обработки при 500 °С содержание нитридных фаз железа составляло ~60%. В зависимости от режимов обработки были получены нанопорошки нитридов железа различных фаз  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N,  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N,  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N с дисперсностью от 40 до 400 нм.

Компактирование порошков проводилось в течение 10–20 мин под давлением 300 МПа в атмосфере водорода при температурах 450–550 °С. Указанный температурный диапазон соответствовал разным степеням термического разложения нитридных фаз и выбирался на основании данных, полученных методом термогравиметрического анализа.

Проведен комплекс исследований химического состава, фазового и структурного состояний и механических свойств спеченных образцов. Установлено, что в зависимости от режимов компактирования и состава порошковой смеси относительная плотность компактов составляет 80–94 %, а содержание азота достигает ~1 мас. %.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты 11-08-00743-а, 12-08-00838-а.*

#### *Литература*

1. Coey J.M.D., Smith P.A.I. Magnetic nitrides. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1999, v. 200, p. 405-424.
2. Yang K., Ren Y. Nickel-free austenitic stainless steels for medical applications. Science and Technology of Advanced Materials, 2010, v. 11, 014105 (13pp).

3. Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Гнедовец А.Г. и др. Низкотемпературное азотирование нанопорошков железа в атмосфере аммиака. XIX Менделеевский съезд по общей и прикладной химии. Сборник тез. докл. в 4 т. – Волгоград : ИУНЛ ВолгГТУ, 2011. – т. 3, с. 285.

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НАНО-И  
СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕДНЫХ СПЛАВОВ ПОСЛЕ  
СДВИГА ПОД ДАВЛЕНИЕМ И СТАРЕНИЯ**

Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>, Губица Й.<sup>3</sup>, Шаньгина Д.В.<sup>1,2</sup>, Бочвар Н.Р.<sup>1</sup>,  
Страумал П.Б.<sup>1,2</sup>, Табачкова Н.Ю.<sup>2</sup>, Додони Е.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*НИТУ «МИСЦ», Лаборатория гибридных наноструктурных  
материалов, Москва*

<sup>3</sup>*Университет Этваш Лоранд, Будапешт, Венгрия  
dobatkin@imet.ac.ru*

В настоящей работе рассмотрены процессы старения в бронзах Cu-0,7%Cr, Cu-0,9%Hf и Cu-0,7%Cr -0,9%Hf после кручения под гидростатическим давлением (КГД) при комнатной температуре с P=4 ГПа при N=5 (оборотов). Деформации подвергали сплавы в двух исходных состояниях: после закалки (1000°C для сплава Cu-0,7%Cr и 900°C для сплавов Cu-0,9%Hf и Cu-0,7%Cr-0,9%Hf, выдержка 2 часа) и после отжига (1000°C для сплава Cu-0,7%Cr и 900°C для сплавов Cu-0,9%Hf и Cu-0,7%Cr-0,9%Hf, выдержка 2 часа).

КГД приводит к существенному упрочнению в сплаве Cu-0,7%Cr, которое определяется в основном измельчением структуры. Средний размер структурных элементов для обоих исходных состояний составил 190-200 нм. Электронномикроскопический анализ не выявил новых дисперсных частиц, образованных в ходе КГД. В ходе последующего нагрева на температуру 250°C, когда деформационное упрочнение сохраняется на первоначальном уровне в исходно закаленном сплаве Cu-0,7%Cr, размер зерен (субзерен) сохраняется практически неизменным ~ 200 нм и выделяются частицы дисперсной Cr-фазы. Это значит, что выделения частиц хромовой фазы при старении тормозят рост зерна матрицы при нагреве до температуры 250°C. В двойном сплаве Cu-0,9%Hf упрочнение после КГД и нагрева выше, чем в Cu-0,7%Cr и обусловлено уменьшением размера зерна (субзерна) до ~ 150 нм и выделением частиц Cu<sub>5</sub>Hf.

Упрочнение сплава Cu-0,7%Cr-0,9%Hf после КГД и старения объясняется измельчением структуры и выделением хромовой фазы и

частиц  $\text{Cu}_5\text{Hf}$ . Добавление Hf в хромовую бронзу повышает микротвердость сплава после закалки, КГД и старения до 3200 МПа, термическую стабильность – до 500°C и уменьшает размер зерна (субзерна) после деформации до 100-120 нм.

Средний размер зерна (субзерна) после КГД в тройном сплаве в обоих исходных состояниях примерно одинаков. Но после нагрева на температуру 500°C он различен: средний размер зерна после КГД в исходно закаленном состоянии и нагрева практически не меняется, а после КГД в исходно отожженном состоянии и нагрева средний размер увеличивается до ~ 200 нм. Это означает, что упрочнение при старении сплава  $\text{Cu-0,7\%Cr-0,9\%Hf}$  после КГД в исходно закаленном состоянии определяется выделениями дисперсной хромовой фазы и частиц  $\text{Cu}_5\text{Hf}$  и не уменьшается за счет роста зерна.

Рентгенографический анализ показал, что после КГД сплавов  $\text{Cu-0,7\%Cr}$ ,  $\text{Cu-0,9\%Hf}$  и  $\text{Cu-0,7\%Cr-0,9\%Hf}$  в исходно отожженном состоянии области когерентного рассеивания (ОКР) одинаковы для всех трех сплавов. А после КГД в исходно закаленном состоянии несколько уменьшаются в ряду:  $\text{Cu-0,7\%Cr}$ ,  $\text{Cu-0,9\%Hf}$  и  $\text{Cu-0,7\%Cr-0,9\%Hf}$ . Среднее значение ОКР после КГД для закаленного состояния у всех трех сплавов меньше, чем у исходно отожженного состояния.

При нагреве после КГД плотность дислокаций уменьшается во всех сплавах, а размер ОКР увеличивается, причем для исходно отожженного состояния значительно сильнее, чем для исходно закаленного. Это можно объяснить тем, что после закалки и КГД при последующем нагреве процессы старения идут более эффективно с выделением большего числа дисперсных частиц из-за большего пересыщения твердого раствора. Эти частицы упрочняют за-счет сдерживания роста структурных элементов, а также дают дополнительное дисперсионное упрочнение. Например, при нагреве  $\text{Cu-Cr-Hf}$  сплава на 500°C после закалки и отпуска, размер ОКР увеличился с 47 до 90 нм, а значения микротвердости HV сохранились на одном уровне.

Исследование показало возможность одновременного повышения прочности и электропроводности в УМЗ предварительно закаленных медных сплавах после КГД и последующего старения.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 13-08-00102), программы ERA.Net RUS (проект № STP-219) и Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001).*

## МИКРОСТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА И ЦИРКОНИЯ ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Ерошенко А.Ю.<sup>1</sup>, Шаркеев Ю.П.<sup>1,2</sup>, Толмачев А.И.<sup>1</sup>, Данилов В.И.<sup>1</sup>,  
Уваркин П.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>2</sup>Научно образовательный центр «Биосовместимые материалы и биоинженерия», Томск  
sharkeev@ispms.tsc.ru

Вентильные биоинертные металлы (титан, цирконий, ниобий, тантал, гафний) и их сплавы имеют успешное применение в качестве материалов для различных медицинских имплантатов. В этих целях используют титан, цирконий и ниобий, а тантал и гафний – как легирующие добавки из-за их высокой стоимости. Для повышения механических свойств их переводят в наноструктурированное / ультрамелкозернистое состояние. При этом особое значение представляет долговременная термостабильность наноструктурированных металлов и их сплавов.

Представлены результаты исследования микроструктуры, механических свойств и их термостабильности для технически чистого титана (ВТ1-0) и циркония, легированного ниобием (сплав Э110), в наноструктурированном / ультрамелкозернистом состоянии, сформированном при интенсивной пластической деформации (ИПД).

Наноструктурированное и ультрамелкозернистое состояние в титане и цирконии получали комбинированным двухэтапным методом (ИПД), включающим осадку заготовки в пресс-форме с трех или четырехкратным последовательным изменением оси сжатия (абс-прессование) и многократную прокатку в ручевых или плоских валках с последующим дорекристаллизационным отжигом. Предлагаемый комбинированный метод ИПД позволяет получать заготовки сплавов на основе титана и циркония в наноструктурированном или ультрамелкозернистом состоянии в виде длинномерных прутков с однородной зеренной-субзеренной структурой по всему объему заготовки со средним размером элементов структуры (зерен, субзерен, фрагментов) 100 нм и менее.

Наноструктурированное состояние в титане обеспечивает пластичность при растяжении до 10%, предел текучести равен 1100 МПа, а предел прочности – 1160 МПа. Циклическая долговечность достигает  $10^7$  циклов при величине предела выносливости 360 МПа. При этом сформированное наноструктурированное состояние проявляет высокую термическую стабильность (350°C) при долговременном термовоздействии.

Формирование ультрамелкозернистого состояния в цирконии с характерным размером структурных элементов, равным 0,2 мкм, способствует повышению прочностных свойств: микротвердости до 2800 МПа, предела пластичности до 400 МПа и предела прочности до 840 МПа при величине пластичности при растяжении более 8%. Верхний предел термостабильности микроструктуры и свойств ультрамелкозернистого циркония как и для титана составляет 350°C.

Отжигом при различных температурах получены состояния в титане и цирконии с различным размером зерна. Построены зависимости, предела текучести, предела прочности и микротвердости от размера зерна ( $d$ ) и  $d^{1/2}$  для титана и циркония. Показано, что для указанных характеристик для титана и циркония выполняется соотношение Холла-Петча.

Представленные результаты исследования актуальны при обсуждении вопросов применения сплавов на основе титана и циркония в наноструктурированном / ультрамелкозернистом состоянии для медицинских приложений.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке программы Президиума РАН «Фундаментальные науки - медицине», проект 5ФНМ-45; Программы фундаментальных исследований СО РАН, 2013 – 2016 г.г., проект III.23.2.2; ФЦП РФ «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России», соглашение № 8036.*

## **ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ПЛАСТИЧНОСТЬ АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ (АММ)**

Зеленский В.А.<sup>1</sup>, Забелин С.Ф.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>Забайкальский государственный университет, Чита

metal@zabspu.ru

Эксперименты по оценке высокотемпературной пластичности и прочности проведены на испытательной машине ТМ-М фирмы "Инстрон", позволяющей осуществлять испытания образцов в широком диапазоне нагрузок и скоростей деформации [1]. Деформацию образцов начинали после достижения требуемой температуры, что позволило ограничить воздействие структурной релаксации на пластичность.

Дилатометрический анализ аморфных сплавов проводили по методике [1] на установке, устройство и принцип работы которой состоит в том, что с помощью двух высокочувствительных индуктивных трансформаторов регистрируется разность удлинений образца и эталона из кварца, свободно подвешенных на вольфрамовых нитях.

Определение температуры стеклования  $T_g$  и кристаллизации  $T_k$  АММ проводили методом дифференциального термического анализа (ДТА) и их значения устанавливали по положению начала и конца эндотермических реакций на термограммах ДТА. Измерения проводили на дифференциальных термовесах модели "TGD- 1500RH", которые позволяют проводить микро-ДТА для незначительного количества материала.

Анализ зависимостей пластичности  $\delta$  и предела текучести  $\sigma$  от температуры ( $T$ ) и скорости деформации ( $\dot{\epsilon}$ ), для сплава 71КНСР показал, что при постоянной скорости деформации по мере приближения к  $T_{\text{опт}}$  пластичность возрастает сначала плавно, а затем - резко и достигает максимума при  $T = T_{\text{опт}}$ , затем пластичность материала резко падает. Зависимость  $\delta$  при постоянной температуре от скорости деформации также немонотонна. При  $\dot{\epsilon}_{\text{опт}}$  материал обладает наивысшей пластичностью. Предел текучести при постоянной  $\dot{\epsilon}$  по мере приближения к  $T_{\text{опт}}$  уменьшается, достигает минимума при  $T = T_{\text{опт}}$ , а затем увеличивается. С ростом скорости деформации при постоянной температуре предел текучести возрастает немонотонно: вблизи  $\dot{\epsilon}_{\text{опт}}$  наблюдается сильная зависимость  $\sigma$ - ( $\dot{\epsilon}$ ).  $T_{\text{опт}}$  и  $\dot{\epsilon}_{\text{опт}}$  для сплава 71КНСР соответственно равны 836 К и  $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Термограмма ДТА сплава имеет хорошо выраженный эндотермический пик и кристаллизационный экзотермический пик. Наличие первого свидетельствует о том, что началу процесса кристаллизации сплава предшествует процесс стеклования (в интервале 800-842 К). Сопоставление данных показало, что резкое увеличение пластичности наблюдается в интервале стеклования, а максимумы зависимостей  $\delta(T)$  (минимумы  $\sigma(T)$ ) приходятся на  $T \sim 0,95T_k$ . При  $T > T_k$  происходит резкое снижение пластичности, обусловленное интенсивно протекающими процессами кристаллизации.

По результатам исследований установлено, что если нанокристаллизация аморфного сплава не начинается раньше достижения фазы стеклования, которая фиксируется ДТА или дилатометрическим измерением, то в температурной области этой фазы материал проявляет сверхпластическое поведение. В любом случае, интенсивная кристаллизация является лимитирующим пластичность фактором, а ее начало вызывает сильное деформационное упрочнение и разрушение материала.

1. Забелин С.Ф., Зеленский В.А. Особенности кинетики нанокристаллизации аморфных металлических материалов при нестационарных режимах термического воздействия // Ученые записки ЗабГГПУ. Чита: ЗабГГПУ, 2012, № 3 (44). С. 62-72.

## ДИНАМИЧЕСКОЕ КАНАЛЬНО-УГЛОВОЕ ПРЕССОВАНИЕ ТИТАНА И БРОНЗЫ

Зельдович В.И.<sup>1</sup>, Шорохов Е.В.<sup>2</sup>, Хомская И.В.<sup>1</sup>,  
Фролова Н.Ю.<sup>1</sup>, Хейфец А.Э.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург*

<sup>2</sup>*Российский федеральный ядерный центр – ВНИИТФ, Снежинск*  
*zeldovich@imp.uran.ru*

Динамическое канально-угловое прессование (ДКУП) является специальным методом равноканального углового прессования и представляет собой высокоскоростной вариант интенсивной пластической деформации. Разработаны два варианта ДКУП: инерционный и поршневой. В первом варианте разогнанный энергией взрыва до скорости  $\sim 300$  м/с образец длиной  $\sim 65$  мм проходит по инерции каналы, расположенные под углом  $90$  градусов друг к другу, за время  $\sim 500$  мкс. Скорость деформации в очаге деформации составляет  $\sim 10^5$  с<sup>-1</sup>. Во втором варианте разгоняется поршень и, ударяя по находящемуся в первом канале образцу, сообщает ему энергию, необходимую для прохождения каналов.

Исследование макроструктуры деформированных образцов показало, что деформация происходит скачками. На продольных сечениях, как правило, выявляются наклонные полосы локализованной деформации. Они чередуются с полосами, в которых степень деформации меньше. Угол между направлением полос и продольной осью образцов составляет  $30$  градусов, в соответствии с геометрией деформации. Геометрия деформации рассматривается на основе простого сдвига, который осуществляется при перемещении образца из первого канала во второй. Моделирование деформации подтверждает наличие периодически повторяющихся скачков, при которых напряжение и деформация возрастают и затем уменьшаются. Исследование микроструктуры показало, что в титане полосы локализованной деформации состоят из мелких рекристаллизованных зерен размером  $1-2$  мкм. Механическая энергия локализованной деформации превращается в теплоту, которая вследствие низкой теплопроводности титана остается локализованной и приводит к повышению температуры выше температуры рекристаллизации титана ( $\sim 600^\circ\text{C}$ ). Деформированная часть структуры титана состоит из зерен-субзерен размером  $200-300$  нм. Полосы локализованной деформации в бронзе состоят из зерен-субзерен таких же размеров, рекристаллизация не происходит, но имеет место динамическая полигонизация. После ДКУП бронзы в один проход субзерна имеют удлиненную форму, увеличение числа проходов приводит к образованию равноосных зерен-субзерен. Старение деформированной бронзы

задерживает рекристаллизацию вследствие закрепления границ зерен-субзерен наноразмерными частицами фазы старения. Температурный интервал рекристаллизации деформированной методом ДКУП хромоциркониевой бронзы повышается по сравнению с деформированной медью на 350-380°C, что имеет важное значение для практического применения.

Установлено, что ДКУП титана и бронзы повышает их механические свойства до уровня, достигаемого в результате равноканального углового прессования. Таким образом, ДКУП может быть рекомендовано как метод интенсивной пластической деформации объемных металлических материалов.

*Работа выполнена по плану РАН, при частичной поддержке РФФИ (грант 11-03-00047) и проекта Президиума РАН (№12-П-2-1030).*

1. Зельдович В.И., Шорохов Е.В., Фролова Н.Ю., Жгилев И.Н., Хейфец А.Э., Хомская И.В., Насонов П.А., Ушаков А.А. Структура титана после динамического канально-углового прессования при повышенной температуре // ФММ. 2009. Т.108. №4. С.365-370.

2. Зельдович В.И., Хомская И.В., Фролова Н.Ю., Хейфец А.Э., Шорохов Е.В., Насонов П.А.

Структура хромоциркониевой бронзы, подвергнутой динамическому канально-угловому прессованию и старению // ФММ. 2013. Т.114. №5. С.449-456.

## **ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ ПОРОШКОВОГО ЖЕЛЕЗА**

Иванов С.А., Ниткин Н.М.

*Южно-российский государственный технический университет,  
Новочеркасск*

*Московский государственный машиностроительный университет, Москва  
s-a-ivanov@mail.ru*

Порошковые материалы, характеризуются склонностью к хрупкому разрушению. С целью выявления влияния наноразмерных частиц оксидов на формирование структуры и характер разрушения высокоплотного порошкового железа исследовались композиции из восстановленных железных порошков (ГОСТ 9849-) и наноразмерных оксидов кремния, циркония и алюминия.

В процессе холодного прессования за счет высокой твердости частиц оксидов происходит их обжатие пластичными частицами железа, что

приводит к возникновению локальных напряжений на границе контакта металл-оксид и прочному механическому сцеплению. Действие кратковременных динамических нагрузок при горячей штамповке в зоне включений приводит к смятию микронеровностей, залечиванию микропор и образованию физического контакта на атомарном уровне между оксидом и прилегающим металлом. Возникновение зон высоких напряжений с большой плотностью дислокаций вокруг включений способствует прохождению диффузионных процессов и возможному химическому взаимодействию между оксидом и матрицей.

Для выявления превращений, протекающих на границе оксид-металл, были проведены исследования образцов на оптическом, растровом электронном микроскопах и на микроанализаторе " Camebax". На нетравленных шлифах вокруг оксидов наблюдались зоны в виде светлого ореола, на травленных – размытые границы, на РЭМе – темный ореол вокруг неметаллических включений..

Анализ диаграмм разрушения при растяжении показывает, что материал из ПЖ2М3 перед разрушением испытывает значительную деформацию. Основное влияние на процесс разрушения оказывают границы зерен. Они препятствуют развитию скольжения и передачи деформации от зерна к зерну. На некоторых участках по границам зерен дислокации не встречают препятствий, и за счет их переползания происходит деформация по обе стороны границы зерна. Материал претерпевает значительную деформацию вплоть до разрушения.

Введение оксида кремния практически не оказывает влияния на  $\delta$  и  $\psi$ , но приводит к повышению ударной вязкости.

Материал из ПЖ4М3 разрешается сразу после достижения предела текучести. Кривые нагружения образуются резко. Это указывает на то, что пластическая деформация не протекает из-за блокировки движения дислокаций границами зерен и оксидными включениями на них. Дислокации скапливаются у этих барьеров, что приводит к возникновению большого числа несплошностей. С увеличением нагрузки происходит почти одновременное их слияние и разрушение материала. Введение наноксида кремния оказывает существенное влияние на характеристики пластичности и ударную вязкость, вызываемая их повышение.

## ФОРМИРОВАНИЕ И ЭВОЛЮЦИЯ МУЛЬТИМОДАЛЬНОЙ ЗЁРЕННОЙ СТРУКТУРЫ НИКЕЛИДА ТИТАНА В ПРОЦЕССЕ ТЁПЛОЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ПРОКАТКИ

Лотков А.И.<sup>1</sup>, Коваль Ю.Н.<sup>2</sup>, Гришков В.Н.<sup>1</sup>, Батулин А.А.<sup>1</sup>,  
Фирстов Г.С.<sup>2</sup>, Кашин О.А.<sup>1</sup>, Гирсова Н.В.<sup>1</sup>, Круковский К.В.<sup>1</sup>,  
Тимкин В.Н.<sup>1</sup>, Жапова Д.Ю.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>2</sup>Институт металлофизики им. Г.В.Курдюмова НАН Украины, Киев,  
Украина

lotkov@ispms.tsc.ru

Экспериментально исследованы закономерности изменения зёрненной структуры бинарного сплава на основе никелида титана ( $Ti_{49,2}Ni_{50,8}$ , ат.%) при многопроходной изотермической (723К) прокатке в ручьевых вальцах. Предельная накопленная пластическая деформация (натуральный логарифм отношения начальной и конечной площадей поперечного сечения образцов) достигала 2. Выявлена иерархия стадий перехода от крупнозернистой к мультимодальной ультрамелкозернистой структуре образцов.

При малых деформациях на первой стадии прокатки формируется неоднородно-напряжённое состояние вследствие развития как локализации деформации на мезоуровне в масштабах конгломератов зёрен, так и внутризёрненной микрофрагментации в результате развития интенсивного дислокационного скольжения в объёме зёрен. В образцах с критической степенью деформации (вблизи  $\epsilon=0.07$ ) вследствие значительного градиента напряжений в соседних зёрнах развивается специфическая собирательная рекристаллизация, что приводит к росту среднего размера зёрен (от 32 до 93 мкм) при сохранении их исходной квазиравноосной формы. При этом наблюдается высокая неравновесность мигрирующих границ зёрен (выраженная их кривизна, присутствие множественных «выступов» и «языков»). Быстрое уменьшение среднего размера зёрен (до 13 мкм) происходит на второй стадии прокатки ( $\epsilon$  от 0.2 до 0.8). Микроструктура образцов на этой стадии разнотермическая и включает как зёрна, размеры которых достигают 20-30 мкм, так и зёрна-субзёрна микрокристаллического и субмикрокристаллического размеров. При этом зёрна приобретают сугубо неравноосную вытянутую форму с ориентацией длинной оси вдоль направления прокатки. Этот процесс завершается в начале третьей стадии формированием характерной микрополосовой структуры с геометрически необходимыми границами, ориентированными вдоль направления прокатки, и квазипериодическим чередованием полос сдвига и узких переходных полос по сечению образцов. Средний размер зёрен

при увеличении  $e$  от 0.8 до 2 линейно уменьшается до 1.5 мкм, их форма приближается к равноосной, и формируется микроструктура с зёрнами-субзёрнами микрокристаллического и субмикрокристаллического масштаба с высокой объёмной долей последних. Построены экспериментальные распределения зёрен по коэффициенту неравноосности их формы и размерам. Проведен сравнительный анализ оптикометаллографических, растровых электронных изображений микроструктуры и карт микроструктуры, полученных методом EBSD в растровом электронном микроскопе.

Показано, что на второй и третьей стадиях прокатки лидирующим механизмом, обуславливающим измельчение зёрненно-субзёрненной структуры образцов, является динамическая рекристаллизация. На основе полученных результатов обсуждается модельная зависимость среднего размера зёрен от величины накопленной деформации на этих стадиях прокатки.

*Работа поддержана РФФИ (проект №13-08-90421 Укр\_ф\_а), проектом СО РАН III.23.2.2 и Программой президиума РАН № 8, проект 21.*

### **ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ**

Астафурова Е.Г.<sup>1</sup>, Майер Г.Г.<sup>1</sup>, Тукеева М.С.<sup>1</sup>, Мельников Е.В.<sup>1</sup>,  
Кретов Ю.Л.<sup>2</sup>, Кошовкина В.С.<sup>2</sup>, Найденкин Е.В.<sup>1</sup>, Рааб Г.И.<sup>3</sup>,  
Одесский П.Д.<sup>4</sup>, Добаткин С.В.<sup>5</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup>*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск*

<sup>3</sup>*Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа*

<sup>4</sup>*Центральный научно-исследовательский институт строительных  
конструкций им. В.А. Кучеренко, Москва*

<sup>5</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
astafe@ispms.tsc.ru*

В работе представлены результаты систематических исследований по влиянию интенсивной пластической деформации (ИПД) кручением под квазигидростатическим давлением (КГД) и равноканальным угловым прессованием (РКУП) на структуру и механические свойства низкоуглеродистых сталей с исходной структурой феррита, феррито-перлита и мартенсита самоотпуска. Для исследования были выбраны

стали 10Г2ФТ после закалки и нормализации и сталь 06МБФ после закалки с последующим улучшающим отпуском. КГД проводили под давлением 4-6 ГПа на наковальнях Бриджмена при температуре  $T=20^{\circ}\text{C}$  ( $0,16T_{пл}$ ) на пять полных оборотов. РКУП проводили по режиму В<sub>С</sub>,  $\Phi=120^{\circ}$ , 4-6 проходов при  $T=200-400^{\circ}\text{C}$  в зависимости от исходного состояния стали. Дополнительно изучали термическую стабильность структуры и механических свойств сталей после ИПД и высокотемпературных отжигов в интервале температур 400-700 $^{\circ}\text{C}$ .

Формирование субмикроструктурной ( $d\sim 300\text{нм}$ ) и нанокристаллической ( $d\sim 50-95\text{нм}$ ) зеренно-субзеренной структуры в сталях 10Г2ФТ и 06МБФ обуславливает достижение высокопрочного структурного состояния, устойчивого к нагреву до высоких температур отжига (400-500 $^{\circ}\text{C}$  в зависимости от структурного состояния и метода ИПД) и связанного с процессами измельчения зерна, а также накоплением дефектов кристаллического строения и дисперсионным твердением. Механизм влияния исходного состояния (феррит, феррито-перлит, мартенсит) на особенности субмикроструктурных и нанокристаллических состояний, полученных при КГД и РКУП низкоуглеродистых сталей, заключается в увеличении структурной и фазовой однородности в сталях при оптимизации их исходного структурно-фазового состояния до ИПД и при деформационно-термической обработке методами ИПД.

Сопоставление данных о термической стабильности наноструктурных состояний, полученных при КГД и РКУП сталей разного класса, показывает, что образование границ общего типа с дисперсионным твердением позволяет повысить термическую стабильность структуры по сравнению с наноструктурированным армко-железом. Дисперсионное твердение играет важную роль в повышении прочностных свойств низкоуглеродистых сталей при ИПД, и является определяющим при сохранении СМК и НК характера структуры исследуемых сталей при отжиге, так как препятствует миграции границ зерен, перераспределению и аннигиляции дефектов кристаллического строения. Экспериментально обнаружена различная динамика процессов возврата и рекристаллизации СМК сталей, полученных при РКУП в ферритно-перлитном, ферритном и мартенситном состояниях. Субмикроструктурная структура, полученная из исходно мартенситного и ферритного состояний, обладает наибольшими значениями энергии активации собирательной рекристаллизации  $Q$  (390÷420 кДж/моль) в сравнении с ферритно-перлитным состоянием (300 кДж/моль) за счет повышения однородности распределения и дисперсности частиц карбидных фаз, а также увеличения объемной доли

границ с большеугловыми разориентировками при оптимизации исходного структурно-фазового состояния сталей.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (согл. №8749, 01.10.2012).*

**ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ И ДИФФУЗИИ ПРИМЕСИ  
ПО ГРАНИЦАМ ЗЕРЕН НА ЭВОЛЮЦИЮ  
ЗЕРНОГРАНИЧНОГО АНСАМБЛЯ МОЛИБДЕНА  
В СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ СОСТОЯНИИ**

Мишин И.П., Грабовецкая Г.П.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск  
mip@ispms.tsc.ru*

Сочетание границ зерен разного типа (мало- и большеугловые, специальные и общие) в материале образует зернограничный ансамбль, который во многом определяет свойства материала. Фундаментальной характеристикой зернограничного ансамбля является спектр распределения границ зерен по разориентировкам. В этой связи большое значение имеет изучение эволюции зернограничного ансамбля в рекристаллизационных и деформационных процессах, а также при взаимодействии границ зерен с диффундирующими по границам зерен примесями. Этот вопрос особенно важен для объемных наноструктурных и субмикрокристаллических материалов, получаемых методами интенсивной пластической деформации (ИПД), имеющих большую протяженность неравновесных границ зерен с повышенными коэффициентами зернограничной диффузии.

В настоящей работе на примере субмикрокристаллического молибдена исследовано влияние отжига и деформации в процессе ползучести, в том числе и в условиях диффузии примеси (никеля) из покрытия по границам зерен, на эволюцию структуры и зернограничного ансамбля, формируемых интенсивной пластической деформацией.

Методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) установлено, что распределение границ зерен по разориентировкам и соотношение между количеством мало- и большеугловых границ зерен в зернограничном ансамбле субмикрокристаллического молибдена существенно зависят от величины деформации, задаваемой в процессе ИПД. При небольших деформациях ( $\varepsilon = 3-4,5$ ) спектр разориентировок границ зерен имеет один максимум в области малоугловых ( $\theta < 4^\circ$ ) границ. Доля малоугловых границ ( $\theta < 15^\circ$ ) в спектре разориентировок

границ зерен достигает ~40%. При увеличении деформации ( $\varepsilon > 5,5$ ) распределение границ зерен по разориентировкам имеет ярко выраженный бимодальный характер. Первый пик находится в области разориентировок менее  $4^\circ$ , второй – размыт в пределах углов  $30\text{--}60^\circ$ . Доля малоугловых границ зерен в спектре разориентировок границ зерен уменьшается до ~20%.

Переход границ зерен в процессе отжига в равновесное состояние при условии отсутствия миграции границ и роста зерен не изменяет спектр разориентировок границ зерен субмикроструктурной структуры молибдена. Миграция границ и рост зерен при отжиге и деформации приводит к уменьшению в зернограницном ансамбле субмикроструктурной структуры молибдена доли малоугловых границ зерен и увеличению доли большеугловых границ зерен.

Зернограницные диффузионные потоки атомов никеля с поверхности в процессе отжига приводят к увеличению в зернограницном ансамбле субмикроструктурного молибдена доли границ зерен, имеющих разориентировку относительно оси  $[100]$  близкую к специальной ( $\theta = 28,07^\circ$ ). Показано, что это связано с зарождением в результате воздействия зернограницных диффузионных потоков никеля новых зерен, путем расщепления границ зерен с образованием малоподвижной (специальной с  $\theta = 28,07^\circ$ ) и высокоподвижной границ.

В условиях пластической деформации зернограницные диффузионные потоки атомов никеля способствуют превращению в зернограницном ансамбле субмикроструктурного молибдена малоугловых границ в большеугловые и росту угла разориентировок большеугловых границ до  $45\text{--}60^\circ$ .

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-01-00444).*

## **НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ МЕТАЛЛОВ КРУЧЕНИЕМ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ В ЖИДКОМ АЗОТЕ**

Попов В.В., Попова Е.Н., Пилюгин В.П.,

Кузнецов Д.Д., Столбовский А.В.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург*

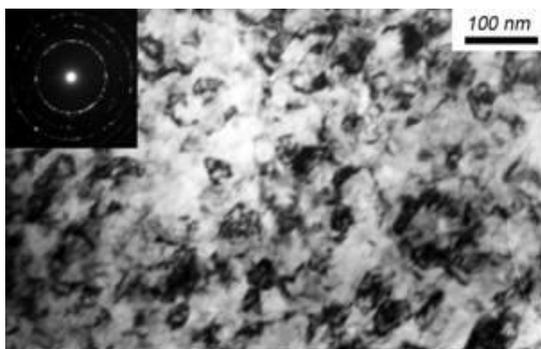
*vporov@imp.uran.ru*

Известно, что интенсивная пластическая деформация крайне редко позволяет получить нанокристаллическую структуру в чистых металлах. Обычно предполагается, что этому препятствует протекание релаксационных процессов, в частности, динамической

рекристаллизации, которая в случае интенсивной пластической деформации может протекать даже при относительно низких температурах. Поэтому естественным способом облегчения получения нанокристаллической структуры является понижение температуры интенсивной пластической деформации.

В настоящей работе рассмотрены возможности наноструктурированная различных металлов (Nb, Ni, Cu) посредством кручения под высоким давлением в жидком азоте и изучена термическая стабильность получаемых структур. Показано, что во всех исследованных металлах такая обработка позволяет получить нанокристаллическую структуру (рис. 1) с очень высокой твердостью. Однако, эта структура очень нестабильна. В тугоплавком ниобии нанокристаллическая структура сохраняется при нагреве до  $200^{\circ}\text{C}$ , в никеле – только до  $100^{\circ}\text{C}$ , а в меди постдинамическая рекристаллизация протекает уже при отогреве образца до комнатной температуры.

В тугоплавких металлах, в частности, в ниобии, трудно предполагать возможность динамической рекристаллизации при комнатной температуре. В частности, в [1] показано, что в большинстве случаев размеры зерен при ИПД того же порядка величины или меньше, чем типичные зародыши рекристаллизации. Поэтому, очевидно, что в данном случае за уменьшение размеров кристаллитов при понижении температуры деформации ответственно не подавление динамической рекристаллизации, а понижение подвижности границ кристаллитов.



Структура Nb (на середине радиуса) после КВД на 3 оборота при 80К: светлопольное изображение и кольцевая электронограмма

Электронно-микроскопические исследования проведены в отделе электронной микроскопии Центра коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и наноматериалов» ИФМ УрО РАН.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке УрО РАН (проект № 12-П-2-1016) и РФФИ (проект № 12-03-91331-ННИО).*

1. R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, and A. Bachmaier, *Annu. Rev. Mater. Res.* 40, 319 (2010).

## **РАЗРАБОТКА И КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ**

Пушин В.Г., Куранова Н.Н., Марченкова Е.Б.,

Пушин А.В., Уксусников А.Н.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург*

*pushin@imp.uran.ru*

В настоящем докладе представлен обзор работ, выполненных в основном в Институте физики металлов УрО РАН, по созданию и исследованию объемных наноструктурных сплавов с памятью формы различного конструкционного и функционального назначения и технологий их получения. Рассмотрены классификация сплавов, природа и механизмы формирования предпереходных явлений и собственно термоупругих мартенситных превращений (ТМП), их особенности при изменении температуры, приложении давления, магнитного поля, деформации, влияние легирования, термических и термомеханических обработок (ТО и ТМО), наноструктурных состояний на последующие структурные и фазовые превращения и эффекты памяти формы (ЭПФ) в данных сплавах.

Анализируются принципы и технологические подходы создания различных наноструктурных состояний в сплавах с ЭПФ. Обнаружено, что к эффективным способам их получения относятся методы мегапластической деформации (МПД) или быстрой закалки расплава (БЗР) в сочетании с ТО и ТМО. Показано, что если у большинства наноматериалов высоким значениям пределов текучести и прочности отвечает пониженная пластичность при комнатной температуре (менее 10% относительного удлинения), то сплавы никелида титана проявляют необычно высокую способность к деформированию и, что особенно важно, высокое равномерное удлинение и сужение (до 80%) при растяжении, а также вязкость при разрушении и износостойкость.

Чрезвычайно полезным в фундаментальном аспекте оказалось использование МПД кручением под высоким давлением (КВД). Установлено, что КВД, как и БЗР, может обеспечить предельное измельчение зерна, вплоть до аморфизации метастабильных сплавов на

основе никелида титана. Впервые было показано, что при этом их аморфная матрица содержит в большом количестве нанобласти размером в несколько нанометров с сильно искаженной, но близкой к В2-решетке атомно-кристаллической структурой, которые становятся центрами последующей нанокристаллизации при низкотемпературном отпуске. Размерные характеристики наноструктуры ( $d_3$  от 10 до 100 нм) легко контролируются выбором его температуры и длительности. Такие сплавы демонстрируют рекордные значения пределов прочности (до 3 ГПа), текучести (2 ГПа), реактивного напряжения (до 1,5 ГПа) при пластичности 15-20%, сохраняя высокую термостабильность структуры и свойств при обеспечении температурных, деформационных и силовых параметров ЭПФ. Важно также отметить существенную роль барьерного эффекта, обусловленного гетерогенным выделением дисперсных частиц избыточных фаз при формировании наноструктур в сплавах как в результате МПД, так и при БЗР или при последующих термообработках или облучении быстрыми частицами.

В ряде важных технически и социально значимых направлений применения в промышленности, спецтехнике и медицине сплавы никелида титана необходимы в виде прутков, полос, проволоки, ленты различных типоразмеров. Поэтому как способ дальнейшего улучшения механических характеристик наносплавов TiNi с ЭПФ были разработаны сочетанные способы обработки, комбинирующие деформационно-термические воздействия, в том числе и формообразующие (например, многопроходную холодную или теплую прокатку или волочение). В этом случае, деформация на большие накопленные степени переводит сплавы TiNi в сильно фрагментированное мартенситное или аустенитное состояние, соответственно. Аналогичные подходы были сформулированы и для технологии БЗР, приводящей либо к аморфному состоянию сплавов, либо к нанокристаллическому.

*Работа частично поддержана грантами РФФИ №11-02-00021, программы Президиума РАН №12-П-2-1060 и УрО РАН 12-2-2-005.*

## **РОЛЬ ХАРАКТЕРА ДЕФОРМАЦИИ И МАСШТАБНОГО ФАКТОРА В МЕТОДАХ ИПД**

Рааб Г.И.

*Уфимский государственный авиационный технический университет,  
Институт физики перспективных материалов, Уфа  
giraab@mail.ru*

Научный аспект проблемы получения объемных УМЗ материалов[1-3] связан с необходимостью формирования во всем объеме заготовок УМЗ

структуры высокой однородности, преимущественно, с высокоугловыми разориентировками. Известно, что структурная однородность является важной характеристикой и, соответственно, обеспечивает однородность и стабильность наиболее важных эксплуатационных свойств конструкционных материалов, таких как механическая и циклическая прочность, износостойкость. Поэтому необходимо, чтобы при деформировании была реализована схема с высокой интенсивностью и однородностью деформации. Этим условиям больше всего отвечают методы интенсивной пластической деформации, такие как РКУП, кручение под давлением и некоторые другие. Учитывая, что, например, при РКУП формирование структуры происходит поэтапно за 4-8 циклов прессования, при этом накопленная деформация составляет  $\epsilon=4,5-9$ , важно оценить влияние характера пластического воздействия. Под характером воздействия следует понимать его монотонность или немонотонность. При РКУП суммарную деформацию близкую к монотонной можно получить, если не проводить переориентацию заготовки в процессе обработки, (*маршрут А* [2]). Не монотонную, если заготовку вращать на 90 или 180 градусов вокруг продольной оси перед каждым последующим циклом прессования (*маршрут Вс и С* [1,2]). Отмечается [4], что суммарно немонотонный характер воздействия при РКУП быстрее приводит к формированию зеренной структуры при одной степени накопленной деформации, хотя размеры устойчивых структурных фрагментов (зерен, субзерен) для *маршрута А и Вс* очень близки. Разница лишь в состоянии границ. При *маршруте Вс* преимущественно высокоугловые, а при *маршруте А* преимущественно малоугловые. Высокоугловые границы наиболее предпочтительны для повышения пластических характеристик материалов. Следует также учитывать масштабный фактор, который заметно влияет на размер формирующихся зерен. В качестве критерия масштабного фактора принята удельная поверхность очага деформации, выраженная через отношение площади очага к его объёму. Причем, чем выше этот показатель, тем более мелкую структуру можно сформировать, при прочих равных условиях [5].

#### *Литература*

1. Валиев Р.З., Александров И.В.. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
2. Процессы пластического структурообразования металлов.. Сегал В.М., Резников В.И, Копылов В.И. и др.-Минск.: Наука и Техника, 1994. с. 232

3. Tsuji N., Saito Y., Lee S-H., Minamino Y. Материалы конференции NANO SPD2 Декабрь 9-13, 2002, Вена, Австрия. С. 479-490
4. Grain Refinement of Aluminum Using Equal Chanal Angle Pressing/. Horita Z, Furucava M., Nemoto M., and Langdon. / Mater. Research soc. Sump, Proc. Vol 601. Superplasticity-Current Status and Future Potential p.311-322// Symposium help Nov.29-Dec.1.1999 Boston. Massachusetts, USA
5. Утяшев Ф.3, Рааб Г.И. Влияние масштабного фактора на измельчение зерен при интенсивной пластической деформации // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка металлов давлением. 2008. № 11. С. 13-20.

### **ЭФФЕКТЫ ПАМЯТИ ФОРМЫ В НАНОСТРУКТУРНОМ НИКЕЛИДЕ ТИТАНА**

Рыклина Е.П.

*НИТУ «МИСус», Москва*

*ryklina@tmo.misis.ru*

Изучены эффекты памяти формы (ЭПФ) в сплаве Ti–50,7 ат.%Ni с различным типом структуры аустенита – наносубзеренной (полигонизованной) и нанокристаллической. В обоих типах структуры обнаружены наноразмерные выделения фазы  $Ti_3Ni_4$ . Сплав подвергали НТМО волочением с умеренной деформацией ( $\epsilon = 0.44$ ) и интенсивной пластической деформации (ИПД) прокаткой ( $\epsilon = 1.55$ ). В качестве контрольной обработки (КО) использовали закалку от 700 °С (рекристаллизованное состояние аустенита). Заключительная обработка во всех случаях – старение при температуре 430 °С в течение 10 ч.

При наведении параметров ЭПФ и ОЭПФ использовали шесть схем, охватывающих все фазовые состояния и их комбинации, присущие исследуемому сплаву (рис. 1): изотермические – с нагружением и разгрузением при фиксированной температуре в B2-аустените; в R – фазе; в B19'–мартенсите; и неизотермические – с деформированием и охлаждением в нагруженном состоянии через B2→R – превращение; через B2→R→B19'– превращение и через R → B19' – превращение. Характеристические температуры фазовых превращений определяли методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Величину полной наводимой деформации  $\epsilon_t$  изгибом варьировали в интервале 10 – 18%. Определяли величину наведенной деформации  $\epsilon_i$ , деформацию

упругой отдачи <sup>1)</sup>  $\varepsilon_{el} = \varepsilon_t - \varepsilon_i$ , обратимую деформацию ЭПФ  $\varepsilon_r$ , остаточную деформацию  $\varepsilon_f = \varepsilon_i - \varepsilon_r$ , и величину ОЭПФ  $\varepsilon_{TW}$ .

Полученные результаты позволяют заключить, что закономерности изменения параметров ЭПФ и ОЭПФ в нанокристаллическом и наносубзеренном (полигонизованном) после обычной НТМО различны:

– в нанокристаллическом сплаве практически отсутствует упругая отдача при разгрузке до наводимой деформации 8,5 %, в то время как в она всегда присутствует в сплаве, полигонизованном после обычной НТМО, и минимальна при наводимой деформации 15 % при наведении в области В2→R–превращения;

– в сплаве с наносубзеренной структурой получена аномально высокая обратимая деформация – 14,6 % при наводимой деформации 16%; в нанокристаллическом сплаве обратимая деформация не превышает 11% при наводимой деформации 13 – 15 %;

Величина ОЭПФ при этом составляет 1,5–2,3 % при любой схеме наведения.

Рекристаллизованная структура, полученная в результате КО, позволяет достичь величины обратимой деформации  $\varepsilon_r = 11,0\% - 11,5\%$  при использовании схемы наведения через области В2→R– и В2→R→В19' – превращений. Максимальные значения ОЭПФ  $\varepsilon_{TW} = 3,3\%$  получены при изотермическом наведении в R-фазе и при охлаждении в заневоленном состоянии через область В2→R→В19' – превращения.

*Работа выполнена в рамках проекта федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы» по теме 3367201.*

---

<sup>1)</sup> Термин «упругая отдача» используется условно, поскольку при данном методе невозможно определить вклады нормальной упругой и псевдоупругой (сверхупругой) деформаций в восстановление формы образца в ходе его разгрузки.

## СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И НАКЛОНЕННАЯ БАЗИСНАЯ ТЕКСТУРА В МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ МА2-1пч ПОСЛЕ ДВУХЭТАПНОГО РКУП С ПРОМЕЖУТОЧНЫМ ОТЖИГОМ

Серебряный В.Н.<sup>1</sup>, Рааб Г.И.<sup>2</sup>, Копылов В.И.<sup>3</sup>, Табачкова Н.Ю.<sup>4</sup>,  
Пережогин В.Ю.<sup>4</sup>, Добаткин С.В.<sup>1,4</sup>

<sup>1</sup> *Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup> *Институт физики перспективных материалов, Уфа*

<sup>3</sup> *Физико-технический институт НАН Белоруссии, Минск, Беларусь*

<sup>4</sup> *НИТУ «МИСиС», Москва*

*vns@imet.ac.ru*

Одним из способов достижения комплекса повышенной прочности и пластичности магниевых сплавов является формирование в них субмикрокристаллической структуры методом равноканального углового прессования (РКУП). Однако этот процесс связан с определенными трудностями из-за недостаточной пластичности исходных заготовок сплавов при температурах прессования, обеспечивающих субмикроскопический уровень зерна. Данные трудности мы преодолевали, используя РКУП на двух стадиях для магниевого сплава МА2-1пч в начальном состоянии в виде прессованного прутка сечением 80x90 мм. Первую стадию РКУП осуществляли на установке с углом пересечения каналов 90° при температуре прессования 245°C за 2 прохода по маршруту С. Затем образцы после РКУП с измельченным зерном до 3 мкм подвергали отжигу при температуре 375°C в течение 1 часа, обеспечивающему рост зерна до начального состояния (~ 9,5 мкм). На 1-ой стадии РКУП с отжигом сплав становился более пластичным за счет формирования наклонной рассеянной базисной текстуры, обеспечивающей значительную активизацию базисного скольжения и роста зерна при отжиге, обеспечивающего активизацию небазисных систем скольжения. На второй стадии пластифицированный металл подвергали РКУП со скоростью прессования 0,25 мм/сек на установке с углом пересечения каналов 120° по схеме, включающей 12 проходов, из которых проводили первые 4 прохода по маршрутам А, С, С и Вс при температуре 220°C, следующие 4 прохода по маршрутам А, С, С и Вс при температуре 180°C, следующие 2 прохода по маршрутам С и Вс при температуре 160°C и заключительные 2 прохода по маршрутам С и Вс при температуре 150°C. Такая схема деформации обеспечивает измельчение зерна до субмикрокристаллического уровня. В результате по электронно-микроскопическим микрофотографиям оценили средний размер структурных элементов (субзерен и зерен) в сплаве после 2 стадии РКУП. Получили средний размер структурных элементов 640 нм. Также были обнаружены мелкодисперсные включения со средним размером

240 нм. Анализ рентгеновских дифракционных спектров показал, что данные включения имеют состав  $Mg_{17}Al_{12}$ , кубическую объемно-центрированную решетку с параметром 10,5438 Å. Объемная доля этих включений составляет 5,45%. Тип текстуры после 2 стадии РКУП не изменяется, лишь рассеяние ориентировок слегка возрастает. Формирование такой микроструктуры и текстуры после двухэтапного РКУП обеспечивает повышение прочностных свойств сплава при сохранении достаточно высокой пластичности.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 11-03-00335-а).*

## **ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР МЕТОДАМИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ**

Столяров В.В.

*Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва  
vlstol@mail.ru*

Многие физико-механические свойства сплавов являются структурно-чувствительными и потому зависимыми от различных по природе внешних воздействий – температуры, деформации, напряжения. В работе рассматривается роль интенсивной пластической деформации, импульсного тока, ультразвуковой обработки (УЗО) и ионной имплантации (ИИ) в формировании ультрамелкозернистых и наноструктур.

Исследованы титановые (TiNi, VT6, VT1-0), алюминиевые (Д16, АВЕ) и сверхпроводящие (NbTi) сплавы. Холодная прокатка с импульсным током выполнена на полосах и прутках сечением около 20 мм<sup>2</sup> в интервале деформаций  $\epsilon = 0.2-2.5$  при наложении импульсного тока плотностью  $\geq 50$  А/мм<sup>2</sup> и длительностью импульса 10<sup>-4</sup>с. УЗО проводилась с частотой 20 кГц, амплитудой 0.5-50 мкм и статическим усилием от 50 до 150 Н. Для ионной имплантации применялись ионы Ti и Ni с дозой  $2 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>. Деформируемость оценивалась по достижению максимальной степени деформации до разрушения при прокатке, а проявление электропластического эффекта – при растяжении образцов с током.

Введение импульсного тока для всех титановых сплавов повышает технологическую пластичность в 2-5 раз по сравнению с холодной прокаткой. Эффект тока тем выше, чем ниже пластичность исходного сплава, что позволяет достичь высоких степеней деформации ( $\epsilon \geq 2$ ) и сформировать сильно фрагментированную микроструктуру. Влияние тока на деформируемость в алюминиевых сплавах зависит от наличия в

них эвтектической составляющей и может снижать деформацию до разрушения. Использование последующей электроимпульсной обработки или отжига приводит к созданию объемной субмикро- или нанокристаллической микроструктуры, размер зерен в которой определяется режимами деформации, тока и отжига. Анализ деформационного поведения при растяжении с током свидетельствует о наличии разнонаправленных скачков напряжения, связанных с фазовым превращением или электропластическим эффектом.

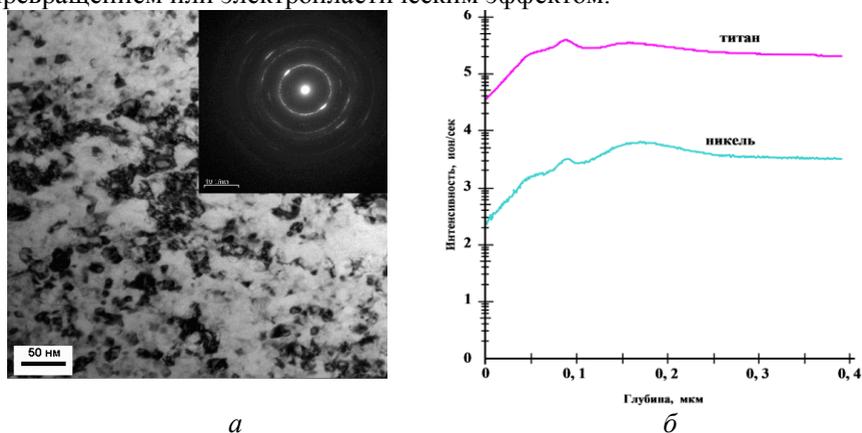


Рис.1. Структура после УЗО (а) и распределение элементов после ИИ (б) в TiN

Установлено, что дополнительные внешние воздействия на образцы после прокатки с током, измельчают структуру до наноразмерной области (УЗО, рис.1а) и формируют фазовый состав в поверхностном слое, отличный от основы (ИИ, рис.1б). В результате появляется возможность создания градиентных по структуре и фазовому составу сплавов с отличающимися свойствами поверхности и объема образца. Методом ВИМС в TiNi сплаве демонстрируется, что ионная имплантация титаном является более эффективным упрочняющим воздействием по сравнению с имплантацией никелем.

**КОНСОЛИДАЦИЯ МИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО SiC  
ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ**

Урбанович В.С.<sup>1</sup>, Шатилина А.М.<sup>1</sup>, Андриевский Р.А.<sup>2</sup>, Шипило Н.В.<sup>1</sup>,  
Matovic B.<sup>3</sup>, Boskovic S.<sup>3</sup>, Vucevac D.<sup>3</sup>, Jaworska L.<sup>4</sup>, Klimczyk P.<sup>4</sup>,  
Судник Л.В.<sup>5</sup>, Маркова Л.В.<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, Минск,  
Беларусь

<sup>2</sup>Институт проблем химической физики, Черноголовка

<sup>3</sup>Vinsa Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia

<sup>4</sup>The Institute of Advanced Manufacturing Technology, Krakow, Poland

<sup>5</sup>Институт порошковой металлургии НАН Беларуси, Минск, Беларусь  
urban@iftp.bas-net.by

Возросший интерес к нанокристаллическим керамическим материалам на основе тугоплавких соединений и методам их получения связан с ожиданием их более высоких физико-механических характеристик и термостабильности. Эффективность использования высоких давлений для получения высокотвердых нанокристаллических материалов была показана ранее на примере нитрида титана [1]. Для карбида кремния такая возможность недостаточно изучена. Известно, что это соединение имеет высокую твердость, уступая лишь алмазу, кубическому нитриду бора и карбиду бора, однако отличается высокой хрупкостью, что ограничивает его использование. Снижение ее является важной задачей.

В работе исследованы микроструктура, плотность, микротвердость и трещиностойкость образцов, спеченных из порошков различной зернистости: микропорошка карбида кремния зернистостью F1000 («Бокситогорский глиноземный завод», Россия) с размером частиц 5-7 мкм, субмикронного  $\alpha$ -SiC (Goodfellow, UK) с размером частиц 0,1-1 мкм и нанопорошков  $\beta$ -SiC (ИПХФ РАН, Черноголовка) и  $\beta$ -SiC (Институт ядерных исследований «Винча», Белград), с размером частиц соответственно 25 и 16 нм. Спекание проводилось в устройстве высокого давления типа "наковальни с углублениями" при давлении 4 ГПа и температурах 1200-2000 °С. Время спекания составляло 60 с. Микроструктура и фазовый состав исследовались с помощью СЭМ и рентгеновской дифракции в Cu-K $\alpha$  излучении. Микротвердость спеченных образцов измерялась при нагрузке 2.0 Н. Для  $\beta$ -SiC (16 нм) измерения проводились при нагрузке 50 Н. Результаты исследований представлены на рис. 1.

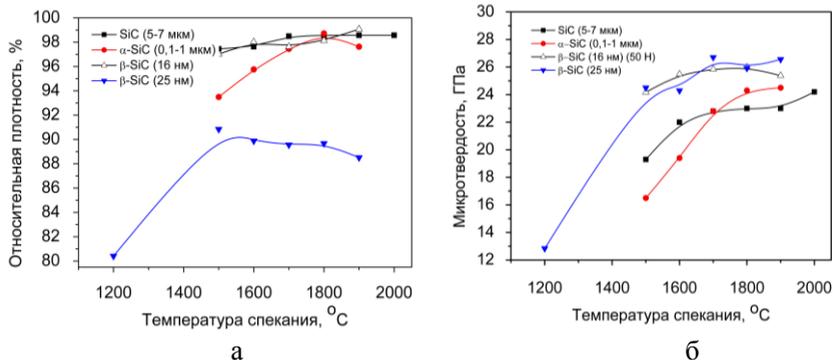


Рисунок 1 – Зависимость плотности (а) и микротвердости (б) образцов SiC из порошков различной дисперсности от температуры спекания

Наиболее высокие физико-механические характеристики достигнуты для образцов из более дисперсного нанопорошка  $\beta$ -SiC (16 нм). Они выше, чем у образцов, полученных электроискровым спеканием этого нанопорошка.

1. R.A.Andrievski, V.S.Urbanovich at al. (1995) Fourth Euro Ceramics, Basic Sciences - Trends in Emerging Materials and Applications, 4 307

### СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СВЕРХУПРУГОГО ТВЕРДОГО УГЛЕРОДА, ПОЛУЧЕННОГО ИЗ ФУЛЛЕРЕНОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Черногорова О.П.<sup>1</sup>, Дроздова Е.И.<sup>1</sup>, Потапова И.Н.<sup>1</sup>, Екимов Е.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Вережагина РАН, Троицк  
tchern@imet.ac.ru

Методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (TITAN 80-300 TEM/STEM) обнаружены разные типы углеродных структур в образцах, полученных из фуллеренов  $C_{60}$  и  $C_{60/70}$  под давлением 8 ГПа при 800-1200°C после специальных предварительных обработок.

(1) Структура, состоящая из нанокластеров в виде пакетов из 7-12 слоев графена с боковым размером 2-4 нм. Предпочтительная ориентировка графеновых слоев наследуется от структуры исходных кристаллов фуллеритов [1] и наблюдается в соответствующих по размеру полях; такая структура графитоподобного твердого углерода исследована в [2, 3].

(2) Смесь графеновых нанокластеров и аморфной структуры.

(3) Хаотически ориентированные графеновые нанокластеры.

(4) Практически полностью аморфная структура.

При росте разупорядоченности (аморфизации) углеродной структуры на спектре характеристических потерь энергии электронами (EELS) происходит сглаживание пика первого пика (289 эВ), свидетельствующего о графитоподобном ( $sp^2$ ) характере связей между атомами углерода, что указывает на усиление роли алмазоподобных  $sp^3$  связей. Такие структурные изменения углеродных образцов или армирующих углеродных частиц в металломатричных композиционных материалах сопровождаются повышением твердости (от 10-15 до 30-40 ГПа) и модуля Юнга (от 60-80 до 200-300 ГПа), а упругое восстановление при индентировании несколько снижается (от 90-95 до 77-87 ГПа). При повышении твердости углеродных частиц от 10-15 до 30-40 ГПа износостойкость армированных ими композиционных материалов возрастает в 10-30 раз, а коэффициент трения снижается в среднем от  $\sim 0,3$  до  $\sim 0,15$ .

#### *Литература*

1. О.А. Банных, И.Н. Овчинникова, О.П. Черногорова, Е.И. Дроздова, В.П. Сиротинкин, *Металлы*, №5, 10 (2011).
2. E.V. Tat'yanin, A.G. Lyapin, V.V. Mukhamadiarov, V.V. Brazhkin, A.L. Vasiliev, *J. Phys. Condens. Matter*. 17, 249 (2005).
3. M. Alvarez-Murga, P. Bleuett, L. Marques, C. Lepoittevin, N. Boudet, G. Gabarino, et al., *Appl. Cryst.* 44, 163 (2011).

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### ИССЛЕДОВАНИЕ НАНО-ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПЕРОВСКИТОПОДОБНЫХ ОКСИДОВ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТОВ СТРОНЦИЯ, ИМЕЮЩИХ ВЫСОКИЙ ДЕФИЦИТ ПО КИСЛОРОДУ

Анчарова У.В.<sup>1</sup>, Черепанова С.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск*

<sup>2</sup> *Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, Новосибирск*  
*ancharova@gmail.com*

Сильно нестехиометрические кислород-дефицитные перовскитоподобные оксиды  $ABO_{3-\delta}$  не могут быть рассмотрены в приближении модели точечных дефектов, поскольку концентрация вакансий достигает таких значений, что вакансии начинают взаимодействовать друг с другом. В этом случае, система стремится образовать гетерогенное состояние, когда кристалл состоит из доменов с локальным упорядочением вакансий.

Действительно, ПЭМ исследования многих нестехиометрических перовскитоподобных соединений  $ABO_{3-\delta}$  со стехиометрией близкой к вакансионно-упорядоченной фазе браунмиллерита  $ABO_{2.5}$  показывают [1-6], что кристалл состоит из нано-доменов со структурой браунмиллерита, размерами  $\sim 10$  нм. При этом домены ориентированы перпендикулярным образом друг относительно друга в трех равновероятных направлениях. В этом случае рентгеновские дифракционные картины таких систем имеют ряд особенностей. Несмотря на ромбическую симметрию внутри каждого домена, на рентгенограммах наблюдаются пики, соответствующие высоко-симметричной кубической структуре перовскита. Однако наряду с этими интенсивными узкими пиками также можно увидеть дополнительные слабые уширенные сверхструктурные пики. Учитывая, что ПЭМ является хорошим инструментом для исследования локальной структуры, и что этот метод в значительной степени двумерный, мы использовали моделирование микроструктуры сильно несехиометрических кислород-дефицитных систем методом Монте-Карло для того, чтобы рассчитать на таких системах рентгенограммы, сравнить их с экспериментальными и таким образом выявить способы организации дефектов в этих системах. Целью данной работы является показать, что такие специфические рентгенограммы усредненной по объему структуры, характерны для нано-доменного состояния структуры нестехиометрических перовскитоподобных оксидов со стехиометрией близкой к браунмиллеритной.

Систематизированы дифракционные эффекты, порождаемые микро-доменным состоянием нестехиометрических ферритов стронция. Проведен систематический анализ влияния параметров нано-доменной структуры и различных типов разупорядочения в нестехиометрических ферритах стронция на вызываемые ими специфические дифракционные эффекты, такие как снятие ромбических расщеплений, уширение слабых сверхструктурных пиков, погасание ряда браунмиллеритных рефлексов и т.д. Показано влияние определенных параметров структуры на интенсивности или ширины сверхструктурных рефлексов. Расчет дифракционных картин производился по формуле Дебая.

*Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ и финансовой поддержке Минобрнауки России.*

- [1] Lindberg F. et. al. // J. Solid State Chemistry. - 2004. - 177. - P.1592.
- [2] Doorn R. H. E. et. al. // Solid State Ionics. - 2000. - 128. - P.65.
- [3] Liu Y. et al. // J. Solid State Chemistry. - 2003. - 170. - P.247.
- [4] Nakayama N. et al. // J. Solid State Chemistry. - 1987. - 71. - P.403.
- [5] Alario-Franco M.A. et al. // Materials Res. Bull. - 1982. - 17. - P.733.
- [6] D'Hondt H. et al. // J. Solid State Chemistry. - 2009. - 182. - P.356.

## **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ И ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКА УСКОРЕНИЯ СПЕКАНИЯ НАНО- И УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ НАГРЕВЕ**

Болдин М.С., Сахаров Н.В., Нохрин А.В., Чувильдеев В.Н.

*Научно-исследовательский физико-технический институт Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород  
boldin@nifti.unn.ru*

Показано, что эффект ускорения спекания при высокоскоростном электроимпульсном плазменном спекании («Spark Plasma Sintering») будет наблюдаться только у порошковых материалов с некоторым оптимальным начальным размером частиц ( $R_{\text{опт}}$ ), соответствующим, очевидно, субмикронному интервалу размеров частиц ( $0.2 \div 1 \mu\text{м}$ ). В случае нанопорошков ( $R \ll R_{\text{опт}}$ ) плотность дислокаций в кристаллической решетке мала, и несмотря на высокую миграционную подвижность границ зерен в наноматериалах, связанную с большой величиной удельной поверхностной энергии границ зерен, эффекта ускорения зернограницной диффузии наблюдаться не будет, а снижение характерных времен и температур спекания связано только с

уменьшением характерного масштаба диффузионного массопереноса, пропорционального размеру частиц.

В случае же спекания обычных микронных порошков, интенсивность процесса диффузионной аккомодации будет существенно выше интенсивности потока дислокаций, заметаемых мигрирующей границей. В этом случае следует ожидать, что величина коэффициента зернограницной диффузии будет соответствовать своему равновесному значению, а сам процесс спекания будет подчиняться традиционным кинетическим законам залечивания пор.

Таким образом, для реализации эффекта ускорения спекания с помощью специально выбранных режимов синтеза и последующей обработки, необходимо получить порошок с оптимальным размером зерна ( $R_{\text{опт}}$ ) и повышенной плотностью решеточных дислокаций.

Высокая скорость нагрева порошкового материала будет способствовать ограничению роста зерен вследствие уменьшения общего времени процесса спекания ( $\tau \sim 1/V_n$ ).

В этом случае интенсивность потока решеточных дислокаций, пропорциональная потоку дислокаций ( $\rho_v$ ) и скорости миграции границ зерен ( $V_m$ ), бомбардирующих мигрирующую границу зерна – мала, а величина коэффициента зернограницной диффузии близка к своему равновесному состоянию.

В случае же малых скоростей нагрева возможны два варианта. Если нагрев осуществляется до температуры превышающей температуру окончания аномального роста зерен ( $T > T_0$ ), характеризующегося большой скоростью миграции границ зерен, то интенсивность процесса диффузионной аккомодации превосходит интенсивность потока дислокаций ( $\Gamma \gg \Gamma^+$ ) и эффекта ускорения спекания вновь не наблюдается. Отметим, что этот случай также может реализовываться при спекании порошков с добавками частиц – стабилизаторов, сдерживающих рост зерен, или легирующих элементов, уменьшающих величину коэффициента зернограницной диффузии (например,  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ ).

Если же нагрев осуществляется до температур соответствующих области протекания аномального роста зерен, то коэффициент зернограницной диффузии вырастит, и температура спекания уменьшится.

Проведенный качественный анализ показывает, что существует оптимальная скорость нагрева ( $V_{\text{опт}} \sim 10^2$  °C/мин) при которой скорость миграции достаточно велика для поддержания потока дислокаций приходящих на границу, а разность интенсивностей накопления и ухода ДОН обеспечивает избыточный свободный объем, ускоряющий

зернограничную диффузию и процесс спекания в целом.

Таким образом, скорость нагрева определяет кинетику спекания порошковых материалов, позволяя, при оптимальном значении  $V_n$ , существенно снизить температуру спекания и получить керамику с плотность близкой к теоретической.

## МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ Fe-Cr-(7-13)%Co

Вомпе Т.А.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
tvompe@gmail.com*

Магнитотвёрдые сплавы системы Fe-Cr-Co обладают хорошим сочетанием магнитных ( $H_{св} = (40-80)$  кА/м,  $B_r = (1,1-1,6)$  Тл,  $(BH)_{max} = (32-72)$  кДж/м<sup>3</sup>) и механических свойств ( $\sigma_b = (800-1000)$  МПа) [1]. Сплавы с пониженным содержанием Co представляют повышенной интерес с экономической точки зрения.

Высококоэрцитивное состояние Fe-Cr-Co сплавов формируется в процессе спинодального распада высокотемпературного ОЦК  $\alpha$ -твёрдого раствора на две изоморфные фазы: сильномагнитная –  $\alpha_1$ -фаза, обогащенная Fe и Co, и слабомагнитная  $\alpha_2$ -фаза, обогащенная Cr. В процессе спинодального распада формируется микроструктура, в которой слабомагнитные частицы  $\alpha_2$ -фазы периодически расположены в сильномагнитной матрице  $\alpha_1$ -фазы. Наноразмерность сильномагнитных частиц  $\alpha_1$ -фазы обуславливает их однодоменный характер и тем самым высокую  $H_c$ , связанную с механизмом однородно (или неоднородно) вращения магнитных моментов ферромагнитных атомов частиц сильномагнитной  $\alpha_1$ -фазы в процессе их перемагничивания, а не с механизмом смещения доменных границ, который обуславливает низкие значения коэрцитивной силы [2].

Цель данной работы – изучить уровень магнитных гистерезисных свойств порошковых магнитотвёрдых сплавов с пониженным содержанием кобальта Fe-Cr-(7-13 масс.)%Co.

Для проведения работы были изготовлены порошковые образцы различного химического состава Fe-(25-31)%Cr-(7-13)%Co-(0,3-4)%Mo-0,5%Si. Компактирование образцов проводили путем прессования на ручном прессе в разъемной матрице с внутренним диаметром 13,6 мм при давлении 600 МПа. Спекание спрессованных образцов проводили в течение 2,5 часа при температуре 1420 °С в шахтной печи СШВ-1,25/24-

И1 в вакууме  $10^{-2}$  Па. Относительная плотность готовых образцов составляла 97,4-99,9 %.

Оптимизацию режима термообработки на каждом сплаве проводили с использованием метода планирования эксперимента. Магнитные гистерезисные свойства измеряли на гистерезисографе «Permagraph L».

По результатам проведенных термообработок были получены следующие максимальные магнитные гистерезисные свойства: Fe-26%Cr-12%Co-1%Mo-0,5%Si –  $H_{CB} = 42$  кА/м,  $B_r = 1,34$  Тл,  $(BH)_{max} = 36$  кДж/м<sup>3</sup>; Fe-25%Cr-10%Co-2%Mo-0,5%Si –  $H_{CB} = 31$  кА/м,  $B_r = 1,35$  Тл,  $(BH)_{max} = 20$  кДж/м<sup>3</sup>; Fe-26%Cr-12%Co-3%Mo-0,5%Si –  $H_{CB} = 45$  кА/м,  $B_r = 1,25$  Тл,  $(BH)_{max} = 30$  кДж/м<sup>3</sup>.

*Автор выражает благодарность за помощь в проведении работы сотрудникам ИМЕТ РАН: чл.-корр. РАН Алымову М.И., д.т.н. Миляеву И.М., д.т.н. Юсупову В.С., н.с. Анкудинову А.Б.*

*Работа поддержана грантом РФФИ № 12-03-31296.*

#### *Литература*

1. ГОСТ 24897-81. Материалы магнитотвердые деформируемые. Марки, технические требования и методы контроля. – М. 1981.
2. Миляев И.М., Вомпе Т.А., Миляев А.И., Юсупов В.С. Самоорганизация высококоэрцитивного состояния в магнитотвёрдых сплавах, претерпевающих спинодальный распад высокотемпературного ОЦК твёрдого раствора // Хаос и структуры в нелинейных системах. Теория и эксперимент: Материалы 8-й Международной научной конференции, посвященной 40-летию КарГУ имени академика Е.А. Букетова. – Караганда: Изд-во КарГУ, 2012. – С. 220-223.

### **СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ДЕФОРМАЦИИ ГИДРОКСИАПАТИТОВОЙ КЕРАМИКИ**

Иевлев В.М.<sup>1</sup>, Баринов С.М.<sup>2</sup>, Комлев В.С.<sup>2</sup>,

Костюченко А.В.<sup>1</sup>, Кильмаметов А.Р.<sup>3</sup>, Добаткин С.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

<sup>2</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия

<sup>3</sup> Технологический институт Карлсруэ, Институт нанотехнологий, Карлсруэ, Германия  
rnileme@mail.ru

Представлены результаты исследования методами рентгеновской дифрактометрии (РД), высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и наноиндентирования исходной

микрористаллической гидроксипатитовой (ГА,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) керамики, а также подвергнутой после помещения в медную оправку деформации кручением на плоских наковальнях под давлением 6 ГПа.

В исходной керамике аморфная фаза не выявлена; прямолинейный характер границ и углы зерен, близкие к  $120^\circ$ , отражают равновесную зерненую структуру. Средний размер зерен составляет 1,0 мкм. Анализ внутривитеренной субструктуры показал, что, как и в случае тонких пленок ГА и нанокристаллической керамики фторзамещенного ГА [1], в объеме зерен отсутствуют дислокации.

Результат деформации – превращение части объема в порошок с сохранением компактного фрагмента, составлявшего 30% объема исходного образца. РД компактного образца показала, что происходит значительное повышение дисперсности зеренной структуры. Методом ПЭМ установлено, что структура этого фрагмента трехфазная: нанозерна ГА и в малом количестве трехкальциевого фосфата (ТКФ,  $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) перемежаются прослойками аморфной фазы. Таким образом, деформация исходного образца ГА сопровождается фазовыми превращениями с образованием нанокристаллической фазы ГА, аморфного фосфата кальция и ТКФ. Исследование твердости показало более чем двукратное снижение ее величины (4,0 ГПа) по сравнению с исходным образцом (9,5 ГПа).

Наблюдающиеся закономерности подтверждают высказанное в [2] положение о том, что структурная и фазовая трансформация в ГА в процессе деформации связана с тем, что при достаточных напряжениях происходит разрушение связей и фрагментация решетки ГА до уровня кластеров  $\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6$ ,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  и групп  $\text{PO}_4^{3-}$ , а пластическая деформация связана с «проскальзыванием» по межкластерным границам, характеризующимся меньшей связью по сравнению с внутривитеренными межатомными связями. При этом процесс фрагментации может сопровождаться частичным восстановлением атомных структур кристаллических фаз в соответствии с элементным составом деформированных областей. Снижение твердости ГА керамики в результате деформации в рамках предложенного механизма пластичности коррелирует со структурными изменениями. При этом величина твердости деформированной керамики, близкая твердости аморфных фосфатов кальция [2], связывается с наличием на границах нанозерен аморфной фазы, лимитирующей прочность керамики с такой структурой, как в случае нанокристаллических структур в аморфных металлических сплавах [3].

*Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы» (№ 2012-1.1-12-000-2009-125).*

*Список литературы*

1. В.М. Иевлев, С.М. Баринов, А.В. Костюченко, А.С. Прижимов, В.В. Смирнов О субструктуре компактных керамик на основе гидроксипатита // ДАН. 2011.- Т.437.- №2.- С.1-3.
2. V.M. Ievlev, A.V. Kostyuchenko, E.K. Belonogov, S.M. Barinov Hardness and the nature of microplasticity of hydroxyapatite // Inorg. Mat. 2013.- V.49.- I.4. P. 416-422.
3. О.К. Белоусов, Н.А. Палий, В.Т. Заболотный К вопросу о максимальной прочности металлов и сплавов в кристаллическом, аморфном и нанокристаллическом состоянии // Металлы. 2011.- № 1. - С. 39-54.

**ПОВЫШЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ  
НАНОСТРУКТУРНОГО СПЛАВА Ti-50,26 ат.%Ni ПУТЕМ  
ВКЛЮЧЕНИЯ В ЦИКЛ ТМО ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Крейцберг А.Ю.<sup>1,2</sup>, Браиловский В.<sup>2</sup>, Прокошкин С.Д.<sup>1</sup>,

Инаекян К.<sup>2</sup>, Коротницкий А.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>НИТУ «МИСИС», Москва

<sup>2</sup>Высшая технологическая школа, Монреаль, Канада

alouna\_87@mail.ru, prokoshkin@tmo.misis.ru; akorotitskiy@gmail.com

vladimir.brailovski@etsmtl.ca, inaekyan.karine@etsmtl.ca

Исследовали влияние тепловой деформации (при температуре 150°C), включенной в схему термомеханической обработки (ТМО), на функциональные свойства сплава Ti-50,26 ат.%Ni с памятью формы. Сплав подвергали холодной (ХП) и теплой прокатке (ТП) в различных комбинациях с промежуточным отжигом (ПО) при температуре 400°C, 1ч: ХП(ε=1)+ПО+ХП(ε=0.2), ХП(ε=1)+ПО+ТП(ε=0.2) и ТП(ε=1)+ПО+ТП(ε=0.2). Для сравнения проводили ХП в диапазоне степеней деформации ε=0.75÷1.2. После всех обработок проводили последеформационный отжиг (ПДО) при 400°C, 1ч. Дифракционная электронная микроскопия показала, что во всех случаях после ПДО 400°C, 1ч формируется наноструктурное состояние: нанокристаллическая (НКС) и наносубзеренная (НСС) структуры в различных сочетаниях. При этом выявлены следующие закономерности формирования структуры В2-фазы после разных режимов ТМО: 1) чем больше вклад ХП, тем больше доля НКС по сравнению с НСС и ниже средняя плотность дислокаций; 2)

чем больше вклад ТП, тем больше доля НСС по сравнению с НКС и тем крупнее зерна, субзерна и полигонизованные области с НСС; 3) включение в схему ТМО промежуточного отжига при 400°C, 1ч приводит к укрупнению структуры: увеличению размера зерна НКС и субзерна НСС. Были определены «статические» функциональные свойства (реактивное напряжение и обратимая деформация) и «динамические», усталостные свойства после разных режимов ТМО. Усталостные испытания проводили по трем схемам: свободное восстановление формы, генерация-релаксация реактивного напряжения и сверхупругое механоциклирование. Определены характеристики текстуры после ТМО по разным режимам.

Обратимая деформация в случае НКС (ХП(1.2)) максимальна (8%) и уменьшается с увеличением доли НСС: 7.3% - ХП(1.0)+ПО+ТП(0.2) и 6.7% - ХП(0.75). При этом кристаллографический ресурс обратимой деформации  $\epsilon_{\max}$  после разных обработок в пределах погрешности не различается. Увеличение обратимой деформации в случае НКС связано с увеличением разности между физическим и фазовым пределами текучести. Число циклов до разрушения повышается с включением в схему ТМО ТП и ПО. Наибольшая долговечность наблюдается после ТМО по режиму ХП( $\epsilon=1$ )+ПО+ТП( $\epsilon=0.2$ ) при испытаниях по всем схемам, однако наблюдается значительное снижение реактивного напряжения и стабильности по сравнению с контрольной обработкой ХП( $\epsilon=1.2$ ). Увеличение числа циклов до разрушения может быть вызвано уменьшением механической повреждаемости образцов (трещинообразования) при введении ТП, ПО и уменьшением вклада ХП, а также развитием благоприятной текстуры прокатки. Металлографическое исследование выявляет глубокие краевые поверхностные трещины после ХП( $\epsilon=1.2$ ) и уменьшение их размера с увеличением вклада тепловой энергии в процесс ТМО в 1.5 раза. Однако дальнейшее уменьшение глубины поверхностных трещин до 5 мкм методом полировки краевой поверхности образцов после ХП(0.75), ХП(1.2) и ХП(1.0)+ПО+ТП(0.2) приводит к резкому снижению долговечности в случае ХП(0.75) и ХП(1.0)+ПО+ТП(0.2), в то время как после ХП(1.2) долговечность не зависит от глубины трещин. Основная компонента текстуры аустенита сплава после всех режимов ТМО была определена как  $\{100\}\langle 110 \rangle_{B2}$ , причем после ХП( $\epsilon=1$ )+ПО+ТП( $\epsilon=0.2$ ) развивается наиболее острая текстура аустенита.

**МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА  
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СПЛАВОВ R-Fe(Co) С ВЫСОКИМ  
СОДЕРЖАНИЕМ 3d-ПЕРЕХОДНОГО МЕТАЛЛА**

Терешина И.С.<sup>1</sup>, Пелевин И.А.<sup>1</sup>, Терешина Е.А.<sup>2</sup>,  
Добаткин С.В.<sup>1</sup>, Бурханов Г.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>Institute of Physics, Academy of Science, Prague, Czech Republic  
teresh@imet.ac.ru

Наноструктурированные сплавы R-Fe(Co) (R – редкоземельный металл) с высоким содержанием 3d-переходного металла в настоящее время являются базовыми материалами для постоянных магнитов. В данной работе исследовалось влияние добавок, стабилизирующих структуру, гидрирования, а также частичного замещения атомов Fe атомами Co на магнитные гистерезисные свойства наноструктурированных сплавов  $R_2(Fe,Co)_{14}B$  и  $R(Fe,Co)_{11}Ti$ , полученных двумя методами: 1) интенсивной пластической деформации (ИПД) и 2) быстрой закалки (БЗ).

Обнаружено, что в системе  $SmFe_{11-x}Co_xTi$  ( $0 < x < 6$ , Ti – добавка, стабилизирующая структуру типа  $ThMn_{12}$ ) в результате быстрой закалки, высококоэрцитивное состояние реализуется для состава  $SmFe_9Co_2Ti$  при температуре  $T = 4,2$  К. С повышением температуры коэрцитивная сила уменьшается. Концентрационная зависимость коэрцитивной силы для системы  $SmFe_{11-x}Co_xTi$  демонстрирует сходство с системой  $Y_2Fe_{14-x}Co_xB$ , полученной методом ИПД. Несмотря на то, что системы  $SmFe_{11-x}Co_xTi$  и  $Y_2Fe_{14-x}Co_xB$  имеют несколько существенных отличий, а именно, различную добавку, стабилизирующую структуру (Ti и B), тип редкоземельного иона (магнитного Sm и немагнитного Y), одно и два неэквивалентных положения РЗМ в структурах типа  $ThMn_{12}$  и  $Nd_2Fe_{14}B$  соответственно, максимальное значение коэрцитивной  $H_C$  силы для обеих систем приходится на составы с содержанием кобальта  $x = 2$  (Рис. 1). Обе системы 1:11:1 и 2:14:1 имеют тетрагональную кристаллическую структуру и демонстрируют высокую намагниченность насыщения  $M_S$  с максимумом при  $x = 3$  и сильную одноосную анизотропию с максимальным значением константы магнитной анизотропии  $K_1$  при  $x = 1$ .

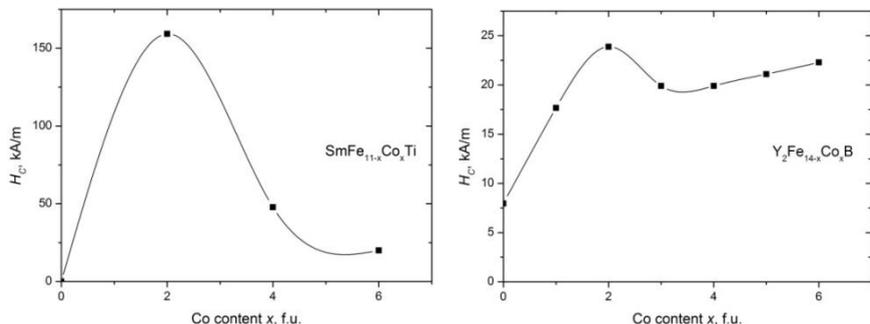


Рисунок 1. Концентрационные зависимости коэрцитивной силы наноструктурированных сплавов  $\text{SmFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$  и  $\text{Y}_2\text{Fe}_{14-x}\text{Co}_x\text{B}$ .

Хотя гистерезисные свойства исследованных соединений, подвергнутых как процедуре быстрой закалки, так и интенсивной пластической деформации, определяются, главным образом, микроструктурой сплавов (размером зерен, наличием текстуры и включений посторонних фаз и т.д.), однако, максимум коэрцитивной силы при  $x=2$ , который демонстрируют обе системы  $\text{SmFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$  и  $\text{Y}_2\text{Fe}_{14-x}\text{Co}_x\text{B}$ , напрямую связан с повышением фундаментальных магнитных характеристик, таких как намагниченность насыщения и константа магнитной анизотропии, при частичном замещении железа кобальтом.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 13-03-00744.*

### **СХОДСТВА И РАЗЛИЧИЯ МЕХАНИЗМОВ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ В АМОРФНОМ СПЛАВЕ Al90Y10 В РЕЗУЛЬТАТЕ РАЗЛИЧНЫХ ОБРАБОТОК**

Першина Е.А., Матвеев Д.В., Аронин А.С., Абросимова Г.Е.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

*pershina@issp.ac.ru*

Последние исследования аморфных сплавов на основе Al с добавлением редкоземельных и переходных металлов крайне интересны как для фундаментальных исследований, так и для практического применения. В основном такие материалы привлекательны благодаря хорошим механическим характеристикам, таким как прочность и пластичность.

Для улучшения свойств таких материалов в основном применяется отжиг. Широко применяется Интересно проследить, как на эти

материалы влияет такой перспективный и распространенный в последнее время метод обработки, как интенсивная пластическая деформация (ИПД). Данных об изменении структуры таких сплавов в результате деформации и отличии структуры и свойств деформированного материала от структуры и свойств такого же материала после отжига очень мало. Однако эти данные необходимы, чтобы иметь возможность контролировать свойства получаемых материалов.

В данной работе исследовался аморфный сплав на основе алюминия с добавлением иттрия:  $Al_{90}Y_{10}$ . В качестве обработки материала использовался метод ИПД по схеме кручения под высоким давлением и отжиг до температуры выше температуры стеклования. Для исследования структуры и фазового состава образцов применялись дифференциальная сканирующая калориметрия (DSC), рентгеноструктурный анализ, высокоразрешающая электронная микроскопия (HREM) и рентгеновский энерго-дисперсионный анализ в геометрии на просвет (EDAX).

Проведен подсчет распределения образующихся кристаллов по размерам после деформации и после отжига. Установлено, что соответствующие графики распределения принципиально отличаются. Кроме того, обнаружено, что в результате ИПД образуются кристаллы более правильной формы. Причем средний размер кристаллов после ИПД меньше, чем в случае отжига образца.

### **СВС КЕРАМИЧЕСКИХ КАТОДОВ В СИСТЕМЕ Cr-Al-Si-W ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ЖАРОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ**

Потанин А.Ю.<sup>1</sup>, Погожев Ю.С.<sup>1</sup>, Левашов Е.А.<sup>1</sup>, Новиков А.В.<sup>1</sup>,  
Власова А.Ю.<sup>1</sup>, Кочетов Н.А.<sup>1,2</sup>, Ковалев Д.Ю.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>НИТУ «МИСис», Научно-учебный центр СВС МИСис-ИСМАН, Москва

<sup>2</sup>Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН,  
Черноголовка

*a.potantin@inbox.ru*

В промышленности имеется большой объем объектов, которые подвергаются в процессе эксплуатации воздействию высоких температур и износу. Это, прежде всего режущий инструмент, детали авиационных двигателей и газовых турбин. Эффективным способом защиты поверхности ответственных узлов и механизмов является нанесение на их поверхность износостойких и жаростойких наноструктурных покрытий, работающих без сквозного окисления при температурах вплоть до 1500 °С. Обеспечение заданного уровня свойств может быть достигнуто путем использования в технологии магнетронного напыления

композиционных мишеней-катодов на основе боридов, силицидов и алюминидов хрома.

Работа посвящена экспериментальным исследованиям процесса СВС композиционных материалов в системе Cr-Al-Si-B, состав которых рассчитывался по формуле  $50\%Cr_5Si_3 + (50-X)\%CrB_2 + X\%Cr_4Al_9$ , где X – параметр зашихтовки, принимающий значения в интервале от 15 до 40%.

Исследовано влияние начальной температуры процесса и состава исходных реакционных смесей на кинетику горения. Увеличение параметра X способствует снижению температуры и скорости горения, что связано с большим тепловыделением при протекании химической реакции образования борида хрома по сравнению с образованием алюминида хрома.

Для состава X=15 % изучалась стадийность структурно-фазовых превращений методом динамического рентгеноструктурного анализа и методом закалки фронта горения в медном клине с последующим проведением электронно-микроскопического и микрорентгеноспектрального анализа характерных участков фронта горения. Это позволило представить динамику структурных превращений в волне горения. В первую очередь образуется борид хрома, а фазы на основе силицида и алюминида хрома образуются позже, в зоне догорания. Для каждого из исследуемых составов рассчитаны значения эффективной энергии активации процесса горения, которые оказались в диапазоне 110÷290 кДж/моль. Данные значения свидетельствуют о ведущей роли массопереноса реагентов через газовую фазу или образующийся расплав.

Компактная керамика была получена по технологии силового СВС-компактирования. Фазовый состав продуктов синтеза несколько отличается от расчетного и включает в себя химические соединения CrB,  $Cr_5Si_3$  и  $Cr_4Al_{11}$ . При этом в продуктах синтеза из смеси при X=15% основу помимо борида хрома также составляет тройное соединение (Cr,Al)Si<sub>2</sub>. В работе проведены комплексные исследования структуры, физико-механических свойств и жаростойкости полученных материалов. С уменьшением параметра X от 40 до 15%, растет доля боридной фазы, уменьшается остаточная пористость, растет скорость звука, а твердость имеет зависимость с характерным максимумом при X=30%. Кроме того, полученные материалы обладают высокой стойкостью к высокотемпературному окислению при T = 1000 °C, равной  $(1,1\div 5,1)\times 10^{-5}$  г/м<sup>2</sup>·с.

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ СДВИГОВОЙ ДЕФОРМАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАДИЕНТНЫХ СТРУКТУР В МАЛОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЯХ

Рааб А.Г.<sup>1</sup>, Чукин М.В.<sup>2</sup>, Алёшин Г.Н.<sup>1</sup>, Рааб Г.И.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа

<sup>2</sup>Магнитогорский государственный технический университет,

Магнитогорск  
agraab@mail.ru

Изучены методы сдвиговой деформации цилиндрических образцов стали 10 – свободное кручение и последующее волочение, волочение со сдвигом в эксцентриковых фильерах при комнатной температуре. Проведено сравнение с традиционным волочением. Для оценки деформированного состояния использовался стандартный пакет прикладных программ «DEFORM-3D».

Изучены особенности структурных изменений, происходящих в малоуглеродистой стали при различных видах деформационной обработки – традиционном волочении; волочении, совмещённом с вращением эксцентриковой фильеры и при свободном кручении прутков Ст10. Выявлена существенная неоднородность структурных изменений и характера распределения интенсивности пластической деформации при волочении со сдвигом и свободном кручении.

Показано, что к наиболее однородной проработке структуры и, соответственно, равномерному изменению микротвёрдости по объёму заготовки приводит деформация простым волочением, к менее однородной проработке – свободным кручением, а к наиболее неоднородной – волочением со сдвигом в фильерах. В поверхностном слое цилиндрических образцов на глубину до 70 мкм при волочении со сдвигом формируется наноструктура с размером зёрен феррита менее 100 мкм.

Установлено взаимное соответствие диаграммы пластичности Ст10 характеру структурных изменений в образцах, деформированных свободным кручением, и предельные значения запаса пластичности, превышение которых приводит к развитию процессов разрушения.

Показано, что результаты моделирования описанных деформационных процессов в основном соответствуют реальным физическим экспериментам с аналогичными параметрами деформации, что подтверждает перспективность применения метода математического моделирования для развития новых технологических процессов обработки металлов давлением.

**КОРРЕКТНОЕ ОПИСАНИЕ ТРЕХ-ЧАСТИЧНЫХ ВКЛАДОВ В  
МЕЖАТОМНЫЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА ПРИМЕРЕ НИОБИЯ**

Савельев В.Н., Липницкий А.Г.

*Белгородский государственный университет, Центр наноструктурных  
материалов и нанотехнологий, Белгород  
firesnake21@mail.ru*

В последние десятилетия возрастает число исследований материалов с использованием методов компьютерного моделирования на основе классических потенциалов взаимодействия между атомами, что позволяет получать детальную информацию о характеристиках процессов в материалах в дополнении к результатам экспериментальных исследований. Современные тенденции в построении потенциалов сосредоточены на все более точном описании угловых зависимостей между атомными связями, что является особенно важным при моделировании наноматериалов из-за увеличения ковалентной составляющей химической связи при уменьшении размеров систем. Большинство современных подходов к описанию угловых зависимостей основаны на модельном задании эффективных трех-частичных взаимодействий, таких как модель взаимодействий Стиллинджера-Вебера и модифицированный метод погруженного атома (ММПА), предложенный Баскесом. Однако модельный вид ограничивает возможности трех-частичных вкладов в описании взаимодействий между атомами. С этим могут быть связаны значительные отклонения рассчитанных значений характеристик материалов от экспериментальных данных. Так, не смотря на учет угловых зависимостей, до настоящего времени не достигнуто хорошее воспроизведение характеристик тугоплавких металлов. Например, рассчитанная недавно методом ММПА температура плавления молибдена на 320 К превышает экспериментальное значение [Н. Park et al. //Phys. Rev. B85, 214121 (2012)].

В данном докладе представлен новый подход к построению классических потенциалов межатомных взаимодействий, в котором достигнуто последовательное увеличение точности описания вклада эффективных трех-частичных взаимодействий без привлечения моделей химической связи. Сумма многочастичных вкладов более высокого порядка описывается в рамках приближений, аналогичных методу погруженного атома (МПА). Предложенный подход включает модели Стиллинджера-Вебера и МПА как частные случаи. В рамках нового подхода построены потенциалы межатомного взаимодействия для ниобия. Потенциалы воспроизводят основные характеристики ниобия (постоянную равновесной ОЦК решетки, модули упругости, энергии

образования и миграции вакансии, уравнение состояния, дисперсионные зависимости частот фононов, теплоту плавления и температуру плавления) в хорошем согласии с известными экспериментальными данными, включая воспроизведение экспериментального значения температуры плавления в пределах 6 К. При этом в хорошем согласии с результатами расчетов методом функционала плотности описываются характеристики модельных атомных конфигураций ниобия: энергии и силы в модельных системах ниобия, содержащих собственные точечные дефекты; свободные поверхности ОЦК решетки с низкими индексами Миллера; уравнения состояния модельных А15, С32, ГЦК, идеальной ГПУ и простой кубической решеток; энергии модельных решеток, деформированных согласно тетрагональному, тригональному, орторомбическому и гексагональному путям перехода между различными решетками при постоянном объеме. Описание большого числа модельных систем обеспечивает переносимость потенциалов на различные атомные конфигурации.

Корректное представление трех-частичных вкладов делает предложенный подход универсальным для описания межатомных взаимодействий в материалах с ковалентным характером химической связи и может использоваться для моделирования систем различной размерности от нанокластеров до объемных кристаллов.

### **ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВОЕ РАВНОВЕСИЕ СПЛАВА Cu-0,8%Ag**

Страумал П.Б.<sup>1,2</sup>, Мазилкин А.А.<sup>3,4</sup>, Протасова С.Г.<sup>3,4</sup>,  
Кильмаметов А.Р.<sup>4</sup>, Курманаева Л.<sup>4</sup>, Косякова К.А.<sup>1,2</sup>,  
Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>, Страумал Б.Б.<sup>2,3,4</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*НИТУ «МИСиС», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов, Москва*

<sup>3</sup>*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

<sup>4</sup>*Технологический институт Карлсруэ, Институт нанотехнологий,  
Карлсруэ, Германия  
straumal.peter@yandex.ru*

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) часто приводит к фазовым превращениям в материалах. Даже ИПД обработка при температуре окружающей среды часто эквивалентна термической обработке при повышенной температуре  $T_{эфф}$ . Недавно было продемонстрировано, что концепция эффективной температуры  $T_{эфф}$ ,

изначально предложенная для материалов, находящихся под действием сильного облучения, также применима для ИПД.

В данной работе были исследованы превращения сплава системы Cu-Ag после ИПД обработки. В частности, проводились исследования структуры и свойств сплава Cu-8%Ag, полученного методом кручения под гидростатическим давлением (КГД) с разной степенью деформации: 0,25, 0,5, 1, 2, 3 и 5 оборотов. Деформация осуществлялась при комнатной температуре под давлением равным 5 ГПа и скоростью вращения 1 об/мин. Эксперимент проводился на образцах, имеющих форму диска с диаметром равным 10мм и толщиной 0,2 – 0,4 мм.

Измерения микротвердости образцов с разной степенью деформации показали, что после 2 оборотов микротвердость остается постоянной и более не растет, то есть не происходит дальнейшего измельчения структуры. Для определения эффективной температуры использовались образцы, подвергнутые КГД с  $n=5$ . Исследовались образцы, отожженные при 300°C в течение 1530 часов, при 780°C в течение 1530 часов и такие же образцы, но подвергнутые дополнительно КГД с  $n=5$  и скоростью вращения в 1 об/мин.

Для определения фазового состава деформированных сплавов применялась рентгеновская спектроскопия.

Положения дифракционных максимумов, соответствующих твердому раствору на основе меди сплава Cu-8%Ag, составили:

для образца, отожженного при 300°C в течение 1530 часов – 43.1736°

для образца, отожженного при 300°C в течение 1530 часов и деформированного – 43.0764°

для образца, отожженного при 780°C в течение 1530 часов – 43.0863°

для образца, отожженного при 780°C в течение 1530 часов и деформированного – 43.0362°

Если сопоставить положения дифракционных максимумов, соответствующих твердому раствору на основе меди сплава Cu-8%Ag и методы обработки, то можно заметить, что КГД смещает состояние сплава в сторону определенной эффективной температуры  $T_{эф}$ .

Сопоставив параметры решетки твердого раствора на основе меди и равновесную диаграмму системы Cu-Ag можно видеть, что  $T_{эф}$  в данном случае равняется приблизительно 720°C.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 12-08-31185 мол а), программы ERA.Net RUS (проект № STP-219) и Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001).*

## ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИОННОЙ АМОРФИЗАЦИИ И ДЕФОРМАЦИОННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ПРИ КРУЧЕНИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА

Сундеев Р.В., Шалимова А.В., Глезер А.М.

*ЦНИИЧермет им. И.П.Бардина, Москва*

*sundeev55@yandex.ru*

Среди многочисленных явлений, сопровождающих мегапластическую (интенсивную) деформацию (МПД), следует выделить процессы деформационной аморфизации (ДА) и деформационной кристаллизации (ДК). ДА есть фазовый переход «кристалл → аморфное состояние» в процессе МПД. В металлических сплавах в ходе МПД экспериментально наблюдался и обратный эффект, а именно - фазовый переход «аморфное состояние → кристалл» - ДК. Целью данной работы является рассмотрение особенностей ДК аморфных сплавов  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ,  $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$ ,  $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ ,  $Fe_{78}B_{8.5}Si_9P_{4.5}$ ,  $Fe_{83}C_{13}B_4$ ,  $Fe_{80}B_{13}Si_7$ ,  $Fe_{76}Cr_{16}Zr_{4.5}B_3Co_{0.5}$ ,  $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ ,  $Fe_{57}Co_{24}Cr_{16}B_3$ ,  $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$  и ДА закристаллизованных аморфных сплавов  $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$ ,  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ,  $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$  и  $Fe_{78}B_{8.5}Si_9P_{4.5}$  в ходе мегапластической деформации в камере Бриджмена. Все образцы деформировали в камере Бриджмена при одинаковых условиях: квазигидростатическое давление 4 ГПа и комнатная температура. Полное число оборотов подвижной наковальни  $n$  в эксперименте изменяли от 1/4 до 9 при постоянной скорости вращения 1 об/мин. Исследование структурных и фазовых превращений проводили методами рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Обнаружено, что в одинаковых условиях деформации, исходно однофазные кристаллические сплавы на основе никелида титана -  $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$  и  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  и исходно однофазный сплав  $Fe_{78}B_{8.5}Si_9P_{4.5}$  достаточно легко аморфизуются, тогда как исходно двухфазные сплавы -  $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$  и  $Fe_{78}B_{8.5}Si_9P_{4.5}$  аморфизуются слабо. Предполагается, что склонность к ДА кристаллических сплавов и соответствующих кристаллических фаз при мегапластической деформации можно описать рассматривая три фактора влияния: механический, термодинамический и концентрационный. Механический фактор определяет склонность к накоплению в кристалле деформационных дефектов при механическом воздействии сдвига. Термодинамический фактор определяется значением свободной энергии (термодинамической устойчивостью) кристаллических фаз, участвующих в процессе деформации. Концентрационный фактор контролирует изменения химического состава кристаллических и аморфных фаз в процессе деформации. Показано, что при деформации в камере Бриджмена аморфных сплавов на основе железа с различными

температурами кристаллизации в материале, протекают процессы кристаллизации. Экспериментально обнаружено, что, чем ниже значение температуры кристаллизации аморфного сплава, тем больше значение объемной доли кристаллической фазы наблюдается после МПД при одинаковых условиях деформации. Полученные результаты обсуждались в рамках предположения об адиабатическом разогреве в полосе сдвига и с точки зрения гипотезы о повышении концентрации областей избыточного свободного объема в полосах сдвига при деформации. На основании проведенных оценок сделано предположение о том, что эффект ДК в аморфных сплавах на основе железа при МПД обусловлен как адиабатическим выделением тепла и соответствующим повышением температуры в деформационных, сильно локализованных полосах сдвига, так и заметным увеличением концентрации областей избыточного свободного объема в этих полосах. Установлено, что МПД при комнатной температуре в исходно аморфном или исходно кристаллическом сплаве  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  приводит к реализации нескольких циклов взаимосвязанных фазовых превращений типа «кристалл  $\leftrightarrow$  аморфное состояние». Это явление можно объяснить в рамках модели суперпозиции различных каналов диссипации механической энергии в процессе МПД.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты 12-02-31397 мол\_а, 11-02-00607 и 12-02-00748).*

## **ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ МЕТОДОВ ИПД ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КАТАНКИ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ С ВЫСОКИМ КОМПЛЕКСОМ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ**

Рааб Г.И., Фахретдинова Э.И.

*Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа  
yelka89@mail.ru*

В последние годы отмечается активное развитие новых методов ИПД (интенсивная пластическая деформация) с целью получения объемных УМЗ (ультрамелкозернистых) длинномерных заготовок. Одним из таких методов является метод РКУП-Конформ, который за счет многоциклового обработки обеспечивает формирование УМЗ структуры в длинномерных заготовках. Это непрерывный процесс прессования, в котором силы трения обеспечивают проталкивание заготовки.

Данная схема имеет недостаток – многоцикловая обработка, повышенные энергозатраты. С целью устранения вышеуказанных недостатков разработаны новые методы ИПД - Мульти-РКУП-Конформ и

СЛИПП-ИПД для получения алюминиевых полуфабрикатов высокого качества.

Основной особенностью Мульти-РКУП-Конформ является совмещение разновидности метода РКУП в параллельных каналах и непрерывного процесса РКУП-Конформ, приводящее к значительному изменению схемы деформации на этапе прессования по сравнению с другими способами ИПД. Для этого процесса представлены результаты исследований напряженно-деформированного состояния (НДС) и тепловых полей.

Основной особенностью СЛИПП-ИПД является совмещение в одном цикле традиционной кристаллизации жидкой фазы, прокатки-прессования и РКУП (равноканальное угловое прессование). Для этого процесса также представлены результаты исследований НДС и тепловых полей.

При исследовании вышеуказанных методов использовали математическое моделирование в программном комплексе DEFORM-3D. Материал исходной заготовки – алюминий Al-1100 (аналог АД1), поперечные размеры исходной заготовки 11x11мм, диаметр конечного полуфабриката - «катанки» 10 мм.

Полученные результаты послужили базой для создания опытной технологии.

### **ТЕПЛОВЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТЬ, ПОДВЕРГНУТОГО ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Чжан В.Б.<sup>1</sup>, Терёшина И.С.<sup>1</sup>, Политова Г.А.<sup>1</sup>, Терешина Е.А.<sup>2</sup>,  
Бурханов Г.С.<sup>1</sup>, Чистяков О.Д.<sup>1</sup>, Добаткин С.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*Институт физики АН ЧР, Чехия*

*lemuriform@gmail.com*

За последние годы значительно возрос интерес к исследованию магнитных свойств нано- и микрокристаллических сплавов редкоземельных и 3d-переходных металлов. При этом исследованию свойств самих редкоземельных металлов уделяется особое внимание. Целью данной работы является исследование влияния структурного состояния на тепловые и магнитные свойства высокочистого Ть.

Высокочистые образцы Ть были получены в результате процедуры дистилляции в печи сопротивления с графитовым нагревателем при остаточном давлении  $1,33 \cdot 10^{-4}$  Па. Интенсивная пластическая деформация (ИПД) проводилась на наковальнях Бриджмана методом

кручения (5 оборотов) под высоким гидростатическим давлением при комнатной температуре. Средний размер зерен Tb в результате такого воздействия составлял 300 нм.

Согласно литературным данным [1] в тербии наблюдается два фазовых перехода: первый переход из парамагнитного в антиферромагнитное (АФМ) состояние при  $T_1=229$  К, и второй переход из АФМ в ферромагнитное состояние (ФМ)  $T_2=220$  К.

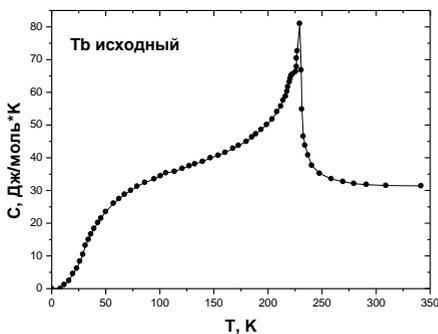


Рисунок 1 Теплоемкость исходного образца Tb

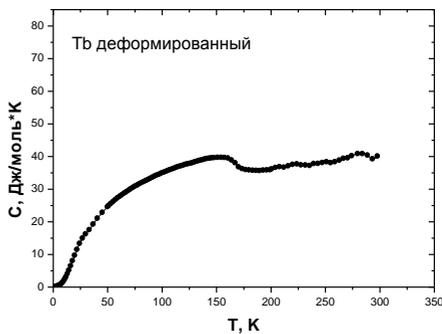


Рисунок 2 Теплоемкость деформированного образца Tb

Фазовые переходы проявляются в виде аномалий различных физических свойств [1].

В данной работе были проведены исследования температурной зависимости теплоемкости (в отсутствии магнитного поля), а также был измерен Магнитокалорический эффект (МКЭ) прямым методом.

На рисунке 1 и 2 представлены результаты измерений теплоемкости для исходного и деформированного Tb, соответственно. Видно, что пик на кривой  $C(T)$ , наблюдаемый для исходного образца смещается в область более низких температур и сглаживается. Аналогичные результаты были получены нами при исследовании МКЭ. Таким образом, показано, что структурное состояние образца оказывает значительное влияние на тепловые свойства редкоземельного элемента (Tb).

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №13-03-00744 и STProjects-219.*

[1] С.А. Никитин, Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов, МГУ, Москва, 1989.

## ОСОБЕННОСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ И СВОЙСТВА «ТОЛСТЫХ» АМОРФНЫХ ПЛАСТИЧНЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ Fe-Co МИКРОПРОВОДОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ УЛИТОВСКОГО-ТЕЙЛОРА

Чуева Т.Р., Заболотный В.Т., Умнов П.П., Умнова Н.В., Молоканов В.В.  
*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*  
*molokano@imet.ac.ru*

Новая группа высокопрочных «толстых» пластичных аморфных ферромагнитных Fe-Co микропроводов представляет большой научный и практический интерес. Такие микропровода служат основой создания нового класса конструкционных материалов с высоким уровнем магнитных и прочностных свойств. Перспективные области использования - силовые элементы ответственных конструкций, композиты, сенсоры поля, уровня и вида напряжений.

Построен политермический разрез системы  $Fe_{75}Si_{10}B_{15} - Co_{75}Si_{10}B_{15}$  в области температур плавления и кристаллизации. На основании полученных результатов определены температуры перегрева расплава под закалку для получения аморфных лент и микропроводов выбранных составов. Аморфные ленты получали методом спиннингования. На полученных лентах исследовали механизм кристаллизации аморфных сплавов различных составов. Методом Улитовского-Тейлора для каждого состава получена серия быстрозакаленных микропроводов в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы от 10 до 100 мкм. С полученных проводов удаляли стеклянную оболочку. Пластичность проводов контролировали по технологической пробе на способность к формированию полного узла без разрушения.

Установлено, что лента состава  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$ , кристаллизуется по эвтектическому типу кристаллизации, остальные сплавы - по механизму первичной кристаллизации. При замещении Fe на Co от 20 до 80% Co расстояние между пиками  $\Delta T_p = T_{p2} - T_{p1}$  практически не изменяется и составляет 40-50°C. Уменьшением значений  $\Delta T_p$  до 25°C отмечено в сплавах с концентрацией Co 85-95%. Сопоставление тепловых эффектов, отвечающих за 1 и 2 стадию, показывает, что для сплавов, содержащих 20-80% Co, тепловой эффект первой стадии кристаллизации превосходит второй. Увеличение содержания Co больше 90% приводит к перераспределению тепловых эффектов: наблюдается резкий рост второго эффекта и уменьшение первого. Оценка СОС исследованных сплавов разреза показывает, что эмпирический критерий стеклообразования  $T_x/T_L$  составляет 0,57-0,63 в пределах концентраций Co = 40-95%. Рентгеноструктурный анализ подтвердил, что кристаллизация первой стадии приводит к выделению наноразмерного

ОЦК-тв. раствора; кристаллизация второй стадии приводит к выделению наноразмерного интерметаллида. Концентрационная зависимость СОС, оцененная по максимальному диаметру жилы при котором сплав сохраняет пластичность, показывает, что группа «толстых» микропроводов с диаметром больше 50 мкм фиксируется при содержании Со более 40%. С увеличением содержания Со критическая толщина микропроводов растет, затем, после достижения 95%, резко снижается. Сплавы с  $d_{\text{жилы}} > 80$  мкм лежат в узком интервале концентраций 85-95% Со.

Совокупность полученных результатов показывает, что формированию «толстых» аморфных пластичных Fe-Co микропроводов соответствует особый двустадийный механизм кристаллизации. Такой механизм характеризуется двумя близкими по интенсивности и термической стабильности пиками. Отмеченный характер кристаллизации предполагает наличие в расплаве двух типов нанокластеров с близкими объемными долями. Важно, что при получении микропроводов методом Улитовского-Тейлора процесс вытягивания провода осуществляется в условиях адиабатического сжатия расплава стеклянной оболочкой. В этом случае перераспределение двух типов нанокластеров, необходимое для протекания процесса кристаллизации, затрудняется. Отмеченный эффект приводит к возрастанию СОС и обуславливает возможность получения «толстых» аморфных микропроводов.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ СТРУКТУРЫ И ХАРАКТЕРИСТИК СВЕРХУПРУГОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ Ti-Nb-(Zr, Ta)

Шереметьев В.А.<sup>1</sup>, Дубинский С.М.<sup>1,2</sup>, Браиловский В.<sup>2</sup>,

Прокошкин С.Д.<sup>1</sup>, Инаекян К.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>НИТУ «МИСИС», Москва

<sup>2</sup>Высшая технологическая школа, Монреаль, Канада

sheremetev88@yandex.ru, sdubinskiy@gmail.com, sprokoshkin@tmo.misis.ru,

v.brailov@gmail.com, inkarina@mail.ru

Создание новых материалов для медицинских имплантов является одной из важнейших задач развития современной медицинской техники. Металлические материалы, используемые в качестве имплантов, должны имитировать механическое поведение костных тканей, то есть обладать низким модулем Юнга и проявлять эффект сверхупругости. Наиболее близкие по механическому поведению к костной ткани сплавы с памятью формы (СПФ) на основе интерметаллида TiNi содержат токсичный

никель, что ограничивает их медицинское применение. В качестве перспективных заменителей никелида титана привлекают к себе внимание СПФ на основе Ti-Nb, в частности, сплавы систем Ti-Nb-Ta и Ti-Nb-Zr, в состав которых входят только биосовместимые компоненты.

В настоящей работе проведено исследование стабильности функциональных механических свойств и структуры термомеханически обработанных СПФ Ti-19.7Nb-5.8Ta, Ti-21.8Nb-6Zr (ат. %). Сплавы подвергли термомеханической обработке, включающей холодную прокатку (с истинной деформацией  $\epsilon=0.3$ ) и последеформационный отжиг (ПДО) в интервале температур 500-750°C. Циклические механические испытания проводили по схеме «деформация растяжением на 2% - разгрузка» (10 циклов), затем следовала выдержка в течение 40 дней при комнатной температуре, после чего испытания повторяли. Исследование структурных изменений проводили методами электронномикроскопического и рентгеноструктурного анализов до испытания (поз. 1), после испытания (поз. 2), после выдержки 40 дней (поз.3) и после повторного испытания (поз. 4) (Рисунок 1).



### Структурные исследования

Рисунок 1 – Последовательность проведения эксперимента

Модуль Юнга сплава Ti-Nb-Ta уменьшается в ходе механоциклирования после ТМО по разным режимам с 30-40 до 20-25 ГПа, но восстанавливает свое исходное значение при последующей выдержке в течение 40 дней, а в ходе повторного механоциклирования меняется мало. Модуль Юнга сплава Ti-Nb-Zr в ходе механоциклирования уменьшается незначительно, а при выдержке также восстанавливается и при повторном циклировании ведет себя стабильно. Остаточная деформация, фазовый предел текучести и механический гистерезис в ходе сверхупругих циклических испытаний уменьшаются, затем после вылёживания в течение 40 дней восстанавливаются, а при повторном циклировании опять уменьшаются. Наиболее высокую биомеханическую совместимость сплавов Ti-Nb-Ta и Ti-Nb-Zr обеспечивает ПДО при 600°C, 30 мин, формирующий наносузерженную структуру  $\beta$ -фазы. В ходе механоциклирования возникают поверхностные

растягивающие напряжения, которые облегчают развитие мартенситного превращения под нагрузкой, ориентируют его и таким образом способствуют наблюдаемому уменьшению фазового предела текучести и остаточной деформации. Повышение уровня исходного упрочнения стабилизирует сверхупругое поведение при механоциклировании.

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

### ОЦЕНКА РАБОТОСПОСОБНОСТИ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ОКСИДНЫХ АЭРОЗОЛЬНЫХ ПОРОШКОВ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМИРОВАНИЯ И РАЗРУШЕНИЯ КОНТАКТНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПРИ ИЗНОСЕ

Колмаков А.Г.<sup>1</sup>, Антипов В.И.<sup>1</sup>, Виноградов Л.В.<sup>1</sup>, Клименко С.А.<sup>2</sup>,  
Копейкина М.Ю.<sup>2</sup>, Баранов Е.Е.<sup>1</sup>, Лазарев Э.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup> *Институт сверхтвёрдых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, Киев, Украина*

*antipov@imet.ac.ru*

Исследована возможность использования наноструктурированных порошков составов  $ZrO_2$ (3моль.%  $Y_2O_3$ ) и  $Al_2O_3+10\%$ масс. $ZrO_2$ . в качестве исходного сырья для изготовления керамического материала конструкционного назначения. Субмикронные частицы порошка, синтезированные методом ультразвукового распылительного пиролиза, не агрегируются в прочные агломераты имеют сферическую форму и обладают нанофрагментарной внутренней структурой, что повышает их активность при спекании. Мелкозернистая структура компактного материала, спечённого из аэрозольных порошков, отличается высокой степенью однородности и повышенной плотностью.

Изучены закономерности контактного взаимодействия керамических образцов с инструментом, дана оценка величины удельной энергии разрушения и механизма стружкообразования вдоль траектории движения алмазного зерна. Экспериментальные образцы были изготовлены методом свободного спекания, позволяющим получать заготовки со значительной площадью сечения. В ходе исследований было установлено, что материал из наноструктурированных аэрозольных порошков может быть рекомендован для применения в качестве режущей инструментальной керамики с целью чистовой обработки поверхности изделий на низких и средних скоростях резания с малой площадью поперечного среза.

**АТТЕСТАЦИЯ НАНО-ФЕРРОШПИНЕЛЕЙ, ПОЛУЧЕННЫХ  
РАДИАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Анчарова У.В.<sup>1</sup>, Михайленко М.А.<sup>1</sup>, Толочко Б.П.<sup>1</sup>, Шарафутдинов М.Р.<sup>1</sup>,  
Штарклев Е.А.<sup>2</sup>, Власов А.Ю.<sup>2</sup>, Елисеев В.С.<sup>2</sup>, Купер К.Э.<sup>2</sup>,  
Максимовская В.В.<sup>2</sup>, Коробейников М.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск*

<sup>2</sup>*Институт ядерной физики СО РАН, Новосибирск  
ancharova@gmail.com*

Использование электронных пучков позволяет получить новые эффекты в высокотемпературной химии твердого тела. Стимулирующее влияние облучения при температурах синтеза может быть предметом технологического интереса, поскольку скорость реакции при этом увеличивается в несколько раз. Становится возможным создание новых условий для твердофазных реакций, когда нагрев сопровождается облучением частицами высокой энергии. В результате два образца, один из которых нагревается обычным способом, а другой электронным пучком, будут иметь различные концентрации дефектов при той же температуре и различной реакционной способностью. Несмотря на интенсивный отжиг радиационных дефектов при высоких температурах, наблюдается интенсификация процессов массопереноса в твердом теле под воздействием электронного облучения [1, 2]. Величина эффекта зависит от характера системы, температуры и мощности дозы.

Использование в качестве прекурсоров нано-частиц, полученных также радиационно-термическим способом, при синтезе ферритовой керамики, повышает скорость реакции и модифицирует свойства полученной керамики.

В данной работе приводятся исследования свойств никель-цинковых и марганец-цинковых ферритов, синтезированных радиационно-термическим спеканием порошков. Производится сравнение свойств керамик, спеченных из нано-порошков, полученных двумя различными способами. В первом случае реакционную смесь получали диспергированием исходных оксидов в энергонапряженном активаторе, а во втором – методом сепаратного испарения исходных оксидов под воздействием высокоэнергетичного электронного пучка.

Комплексная аттестация полученных ферритов произведена рядом различных уникальных экспериментальных методик Центра СИ Новосибирского научного центра: прецизионная дифрактометрия, *in situ* высокотемпературная дифрактометрия, рентгеновская томография, сканирующая электронная микроскопия и дифрактометрия обратно-рассеянных электронов.

*Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ и финансовой поддержке Минобрнауки России.*

[1] N.Z. Lyakhov, V.V. Boldyrev, A.P. Voronin, O.S. Gribkov, L.G. Bochkarev, S. V. Rusakov, V. L. Auslender // Journal of Thermal Analysis, Vol. 43(1995) 21-31.

[2] V.V. Boldyrev, A.P. Voronin, O.S. Gribkov, E.V. Tkachenko, G.R. Karagedov, B.I. Yakobson, V.L. Auslender // Solid State Ionics, Vol. 36 (1989) 1-6.

### **ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ $Al_{85}Ni_xFe_yLa_4$**

Бахтеева Н.Д., Тодорова Е.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
nbach@imet.ac.ru*

Методами металлографии, дифференциальной калориметрии, рентгеноструктурного и электронно-микроскопического анализов аттестованы структура и фазовый состав поликристаллических сплавов на алюминиевой основе (85 ат. %), легированных переходными (Fe, Ni) и редкоземельным (La) металлами после закалки и интенсивной пластической деформации сдвигом под давлением (ИПД). Показано, что в закаленных сплавах формируется четырехфазное структурное состояние: наряду с твердым раствором Al присутствуют интерметаллиды трех типов -  $Al_3Ni$ ,  $Al_{11}La_3$  и интерметаллиды железа. В сплаве с повышенным содержанием железа (4 ат. %) наблюдали тройной интерметаллид, состав которого, наиболее вероятно, описывается формулой  $Al_7Fe_6La$ . При снижении содержания железа до 2 ат. % в сплаве при закалке выделяется фаза  $Al_{13}Fe_4$ .

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) для обоих исследованных сплавов определены параметры кубической элементарной ячейки твердых растворов на основе алюминия в исходном (после закалки) и деформированном состояниях. Полученные для твердых растворов алюминия значения периодов элементарных кубических ячеек  $a = 4,0505 \text{ \AA}$  и  $a = 4,0514 \text{ \AA}$  для закаленных сплавов  $Al_{85}Ni_7Fe_4La_4$  и  $Al_{85}Ni_9Fe_2La_4$  соответственно несколько превышают известный параметр чистого алюминия  $a = 4,0505(10) \text{ \AA}$ , что обусловлено совместным влиянием легирующих элементов с большим ( $r_{La} = 1,88 \text{ \AA}$ ) и меньшими ( $r_{Fe} = 1,26 \text{ \AA}$  и  $r_{Ni} = 1,24 \text{ \AA}$ ) атомными радиусами при образовании твердого раствора на основе алюминия. Данные РСА для обоих сплавов

свидетельствуют о небольшом увеличении после ИПД при давлении 8 ГПа, 1 оборот периодов кубических элементарных ячеек до значений  $a = 4,0516 \text{ \AA}$  и  $a = 4,0530 \text{ \AA}$  соответственно.

Построены карты распределения легирующих элементов в сплавах, которые позволяют идентифицировать фазы в закаленных сплавах. Образование массивных избыточных интерметаллидов кристаллизационного происхождения приводит к повышению прочности и снижению пластичности сплавов. Отрицательное воздействие первичных алюминидов существенно подавляется при их диспергировании. Показано, что ИПД приводит к измельчению и сфероидизации всех фазовых составляющих сплавов, при этом интерметаллиды железа растворяются. В сплавах формируется многофазное наноструктурное состояние. Методами электронной микроскопии и РСА определены размеры нанокристаллитов и построены гистограммы их распределения по размерам после ИПД с различными параметрами деформации. Максимальные значения твердости получены после деформации, соответствующей шести полным оборотам подвижной наковальни при давлении 8 и 10 ГПа. Проведен сравнительный анализ структурных параметров и значений микротвердости после ИПД сплавов одинакового состава с различным структурным состоянием до деформации – аморфным и поликристаллическим. В сплавах с исходной аморфной структурой при ИПД формируется аморфнонанокристаллическая структура с минимальным размером нанозерен, которая обладает максимальными значениями твердости. Полученные результаты подробно описаны в работе [1].

#### *Литература.*

1.Н.Д. Бахтеева, Е.В. Тодорова, Н.Н. Колобылина, и др. Структура поликристаллических сплавов системы Al-Ni-Fe-La после закалки и пластической деформации сдвигом под давлением. *Металлы*, 2013, №2, с.55-68.

**ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ КОНСТАНТЫ  
МАГНИТОСТРИКЦИИ АМОРФНОГО СПЛАВА  
НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА**

Семиров А.В., Букреев Д.А., Моисеев А.А., Дервянко М.С.

*Восточно-Сибирская государственная академия образования, Иркутск  
da.bukreev@gmail.com*

В работе исследуется аморфный провод сплава  $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ta}_{2.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$  диаметром 130  $\mu\text{m}$ , полученный методом быстрой закалки из расплава. Из провода приготавливались образцы длиной 30 мм.

Измерение константы магнитострикции насыщения  $\lambda_s$  осуществлялось методом малоуглового вращения намагниченности (SAMR) [1]. Колебание намагниченности, в отличие от оригинального метода SAMR, возбуждалось переменным током [2]. Частота возбуждающего тока была равна 100 kHz, его амплитуда составляла 10 мА. Исследования проводились в температурном диапазоне (100 – 300) К.

Обнаружено, что в начале исследованного температурного диапазона константа магнитострикции с ростом температуры уменьшается, достигая минимального значения при 160 К (рис.1). Дальнейшее повышение температуры приводит к монотонному увеличению константы магнитострикции.

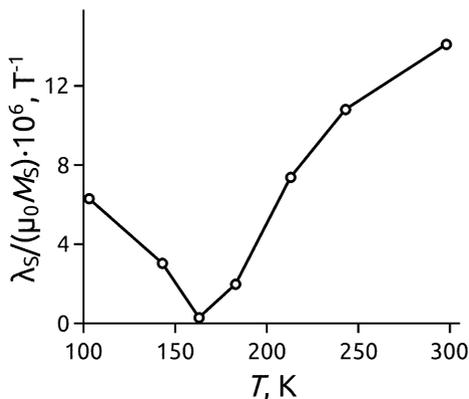


Рис. 1. Температурная зависимость константы магнитострикции  $\lambda_s$  сплава  $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ta}_{2.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ , отнесенной к его намагниченности насыщения.

Особенности процесса изготовления аморфного быстрозакаленного провода приводят к тому, что в нем можно выделить по крайней мере две области – внутреннюю область (кern) и оболочку, отличающиеся уровнем закалочных напряжений и, возможно, атомным составом [3].

Данные факторы могут привести к тому, что эти области будут иметь различные магнитоупругие свойства. Если kern обладает константой магнитострикции  $\lambda_{1s}$ , а оболочка –  $\lambda_{2s}$ , то константа магнитострикции проволоки  $\lambda_s = (\lambda_{1s}V_1 + \lambda_{2s}V_2)/V$ , где  $V_1$  и  $V_2$  – объемы kernа и оболочки, соответственно,  $V$  – объем проволоки. Константы  $\lambda_{1s}$  и  $\lambda_{2s}$  имеют различные температурные зависимости, обуславливая наблюдаемую экспериментальную зависимость  $\lambda_s(T)$  (рис.1) При  $T=160$  К вклады оболочки и kernа примерно равны по модулю и противоположны по знаку – магнитострикция проволоки близка к нулевому значению.

1. Narita K., Yamasaki J., Fukunaga H. // IEEE Trans. Magn. – 1980. – V. MAG-16. – P. 435.
2. Torrejon J., Badini G., Priota K., Vazquez M. // JMMM. – 2007. – V. 316. – P. e575.
3. Antonov A.S., Borisov V.T., Borisov O.V. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. – 1999. – V. 32. – P. 1788.

**ЗАРЯДОВЫЕ СОСТОЯНИЯ КАТИОНОВ В  
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОКСИДАХ ПЕРЕХОДНЫХ  
МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ИНТЕНСИВНОЙ  
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Месилов В.В., Галахов В.Р., Гижевский Б.А.  
*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург*  
*mesilov@imp.uran.ru*

С помощью методов рентгеновской фотоэлектронной, абсорбционной и эмиссионной спектроскопии и расчетов атомных мультиплетов определены зарядовые состояния катионов в наноструктурированных манганитах, ферритах и кобальтитах, полученных методами интенсивной пластической деформации.

Наноструктурированные высокоплотные керамики  $\text{LiCoO}_2$ ,  $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  и  $\text{FeVO}_3$  получены из исходных крупнозернистых порошков методом интенсивной пластической деформации путем одноосного сжатия, а также посредством деформации сдвига под давлением до 10 ГПа. Для этих целей использовались пресс усилием 100 тонн и наковальни Бриджмена. Для получения наноструктурированных манганитов  $\text{La}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{MnO}_3$  и  $\text{Nd}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{MnO}_3$  исходные крупнозернистые порошки подвергались размолу в вибромельнице. Измельчение осуществлялось на воздухе без применения дополнительных сред. Время размала варьировалось от 2 до 8 часов для различных партий порошка. Размеры кристаллитов оценивались по уширению рентгеновских дифракционных

линий и составили от 20 до 100 нм. Рентгеновские абсорбционные спектры наноструктурированных оксидов измерены в поверхностно-чувствительном режиме полного электронного выхода на Российско-Германской линии накопительного кольца BESSY-II (Берлин), а в объемно-чувствительном режиме выхода флуоресценции — на линии I511-3 накопительного кольца MAX-II (Лунд). Атомные мультиплеты рентгеновских абсорбционных и фотоэлектронных спектров рассчитаны с учетом кислородного окружения вокруг ионов железа, расщепления кристаллическим полем и зарядового переноса от кислорода к металлу.

Из анализа экспериментальных и теоретических данных установлено, что в нанокерамиках  $Y_3Fe_5O_{12}$  и  $FeVO_3$ , полученных кручением под давлением, часть ионов железа понижает состояние окисления от  $Fe^{3+}$  до  $Fe^{2+}$  благодаря формированию дефектов по кислороду. Не зафиксированы новые фазы в наноструктурированных оксидах железа, полученных вышеупомянутым методом. Найдено, что в керамическом кобальтите лития, наносостояние которого получено кручением под давлением, малые деформации (угол поворота наковален не более  $30^\circ$ ), не изменяя  $3d^6$ -электронной конфигурации кобальта, приводят к диффузии лития к поверхности нанокерамики (5-10 нм) с образованием оксида  $Li_2O$ . При больших значениях величин деформаций состояние окисления части ионов кобальта понижается от  $Co^{3+}$  до  $Co^{2+}$  (электронная конфигурация  $3d^7$ ). Для манганитов  $La_{0.5}Ca_{0.5}MnO_3$ , размол в вибрмельнице приводит к увеличению концентрации ионов  $Mn^{4+}$  уже при комнатных температурах и образованию наноструктуры. В то же время, в манганитах  $Nd_{0.5}Sr_{0.5}MnO_3$  благодаря конкурирующим процессам восстановления и окисления, протекающим во время размолла порошка, присутствуют ионы марганца в двух-, трех- и четырехвалентном состоянии. При этом порошок остается однофазным. Установлено, что применение измерения спектров рентгеновского поглощения в режимах полного электронного выхода и выхода флуоресценции позволяет исследовать нанокристаллиты, находящиеся как вблизи поверхности, так и внутри объёма частиц микронного размера, формирующих порошок.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 11-02-00166 и 11-02-00252), Уральского отделения РАН (проект № 12-М-23-2032) и в рамках двусторонней программы «Российско-Германская лаборатория BESSY».*

## МИКРОСТРУКТУРА САМОСПЕКАЮЩЕГОСЯ МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ КАМЕННОУГОЛЬНОГО ПЕКА, ОТВЕРЖДЕННОГО НА ПОВЕРХНОСТИ ЛИСТОЧКОВ ТРГ

Дмитриев А.В.

Челябинский государственный университет, Челябинск  
admitriev@csu.ru

Получение материала основано на увеличении толщины листочков ТРГ слоями пека. Тонкие слои пека отверждали кислородом воздуха при нагреве. Заготовки диаметром и высотой 35 мм получили размолом подготовленного шихтового материала и прессованием в жесткой матрице. Обжиг и графитацию проводили в условиях электродного производства, что обеспечило коксование и графитацию пека. Материал графитированных заготовок имеет кажущуюся плотность 1,5 – 1,6 г/см<sup>3</sup>, прочность на сжатие, газопроницаемость материала практически отсутствует. Для исследования микроструктуры поверхности разрушения использовали сканирующий растровый микроскоп JEOL JSM - 6460 LV.

На поверхности образцов выделяются плоские участки разрушения расщеплением вдоль слоев, наблюдается отщепление тонких листочков ТРГ (см. рис.1). При разрушении поперек слоев видно, что слои пека с листочками ТРГ образуют пакеты, наблюдается регулярная слоистая структура (см. рис.2).

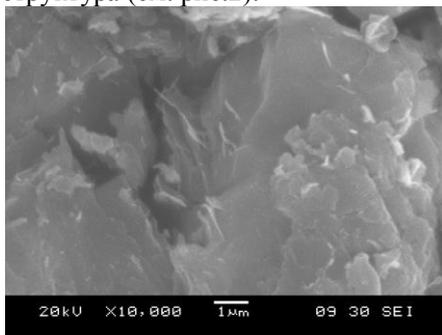


Рис 1. Поверхность разрушения вдоль слоев,  $\times 10000$

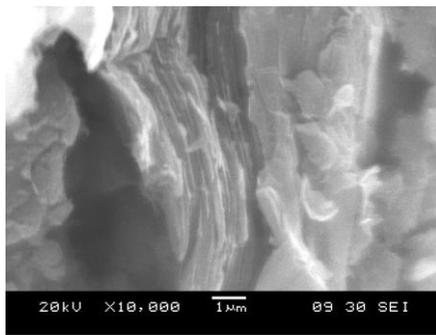


Рис 2. Поверхность разрушения поперек слоев,  $\times 10000$

Разрушение самоспекающегося материала связано с разрушением по границам спекшихся частиц прессовочного порошка, а также разрушением частиц. При разрушении частиц в основном происходит разрушение вдоль слоев листочков ТРГ и пекового кокса. Наблюдается разрушение поперек слоев в пакетах с образованием слоистой структуры поверхности. В масштабе разрушения слоев происходит разделение на

плиточные участки микронных размеров соответственно структуре схлопнутых пузырьков ТРГ. При этом разрушение происходит по листочкам ТРГ с их отделением от слоев пека. Тонкие отделившиеся листочки ТРГ отгибаются от поверхности разрушения. Это обеспечивает гидрофобные свойства поверхности кусочков самоспекающегося материала.

Размер схлопнутых пузырьков слоев составляет от 1 до 10 микрон. По толщине слоев и по объему фаз определили толщину графита пекового кокса и толщину листочков ТРГ. Толщина слоев графитированного пекового кокса составляет ~60 нм, листочков ТРГ ~5 нм.

#### *Список литературы*

1. Дмитриев А.В. Состав и способ изготовления шихты для изготовления углеродного материала. Пат. 2134656 РФ// БИ. 1999. №8. С. 314.

2. Дмитриев А.В. Научные основы разработки способов снижения удельного электрического сопротивления графитированных электродов. Челябинск: ЧелГПУ, 2005. 198 с.

### **НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА НА ОСНОВЕ Ni-Mn-In**

Калетина Ю.В., Счастливец В.М., Марченков В.В., Фокина Е.А.,  
Белозерова К.А.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург  
kaletina@imp.uran.ru*

Поиск новых сплавов с термоупругими мартенситными превращениями, обладающих благоприятным комплексом функциональных свойств, составляет важную задачу современного материаловедения. В связи с этим исследования структурных и фазовых превращений и связанных с ними изменений свойств в ферромагнитных сплавах системы Ni-Mn-In представляются перспективными. В магнитоупорядоченных сплавах наблюдаются как структурные, так и магнитные фазовые переходы, температурный интервал которых зависит от химического состава.

Целью настоящего исследования являлось изучение влияния замещения атомов марганца атомами никеля в тройных сплавах системы Ni-Mn-In на электрические и магнитные свойства в отсутствие магнитного поля, а также под воздействием магнитного поля разной напряженности.

Измерено электро- и магнитосопротивление сплавов Ni-Mn-In нескольких составов в зависимости от температуры в интервале от 4,2 до 100 К, а также от напряженности магнитного поля. Напряженность магнитного поля менялась от 0 до 150 кЭ.

С понижением температуры от 100 до 4,2 К электросопротивление возрастает. В сильных магнитных полях (до 150 кЭ) наблюдали некоторое снижение электросопротивления в сплаве  $\text{Ni}_{46}\text{Mn}_{43}\text{In}_{11}$  по сравнению со сплавом  $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$ .

Обнаружено влияние магнитного поля на магнитосопротивление  $\Delta\rho/\rho$  сплавов  $\text{Ni}_{46}\text{Mn}_{43}\text{In}_{11}$  и  $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$ . Так в поле  $H=10$  кЭ различие  $\Delta\rho/\rho$  сплавов составляет  $\sim 10\%$ , в магнитном поле  $H=50$  кЭ значения  $\Delta\rho/\rho$  практически совпадают в обоих сплавах. В поле  $H=100$  кЭ величина  $\Delta\rho/\rho$  различается в температурном интервале от 4,2 до 60 К, а в более сильном поле магнитосопротивление сплава  $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$  повышается.

Электросопротивление сплава  $\text{Ni}_{46}\text{Mn}_{43}\text{In}_{11}$  выше электросопротивления сплава  $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$ , и незначительно понижается с ростом напряженности магнитного поля. Анализ изменения магнитосопротивления сплавов Ni-Mn-In показал, что легирование мало влияет на величину  $\Delta\rho/\rho$ . Таким образом, при замещении слабомагнитных атомов никеля магнитными атомами марганца отмечено некоторое повышение электросопротивления и магнитосопротивления в исследуемом интервале низких температур. С понижением температуры магнитосопротивление снижается при увеличении атомов марганца, тем больше, чем выше содержание марганца.

Полученные экспериментальные данные могут быть полезны для применения сплавов Гейслера на основе Ni-Mn-In в качестве функциональных материалов в механических и термодинамических устройствах на их основе, а также для создания наноструктур в виде тонких плёнок для энергосберегающих систем.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 12-03-00050-а, а также при поддержке проекта Президиума УрО РАН 12-У-2-1022.*

## **ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА КАК СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЗАГОТОВОК И ДЕТАЛЕЙ С ЭЛЕМЕНТАМИ СУБМИКРО- И НАНОСТРУКТУРЫ**

Рудской А.И., Коджаспиров Г.Е.

*Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,  
Санкт-Петербург  
kodjaspirov@mail.ru*

Создание ресурсосберегающих методов получения высокопрочных металлических материалов вплоть до настоящего времени остается важнейшей задачей современного развития науки и технологий. К числу таких способов, получивших к настоящему времени достаточно широкое распространение, относится термомеханическая обработка (ТМО). В последние годы огромное внимание уделяется созданию методов и технологических процессов, обеспечивающих получение ультрамелкозернистого состояния, и, особенно, субмикро- и нанокристаллического, применительно как к структурным компонентам, так и к фазам, составляющим конкретный металл или сплав. Основное развитие в плане получения объемных металлических материалов получили в последние годы различные схемы обработки металлов давлением, позволяющие реализовать так называемую интенсивную пластическую деформацию (ИПД), под которой чаще всего понимают реализацию больших пластических деформаций, обеспечивающих получение развитой фрагментированной структуры с созданием большеугловых границ разориентации между фрагментами субструктуры. Второе направление в получении мелкодисперсного состояния заключается в создании технологий, обеспечивающих существенное диспергирование фаз в результате обработки. Наиболее эффективным способом достижения обоих вышеуказанных эффектов применительно к объемным металлическим материалам является ТМО, которая может быть использована как самостоятельная технология, так и в сочетании с такими методами наноструктурирования как равноканальное угловое прессование (РКУП), и другие подобные деформационные методы.

В данной работе рассматриваются различные способы термомеханической обработки, основанные на применении горячей, теплой и холодной деформации, в различных сочетаниях и применительно к различным металлическим материалам, обеспечивающие достижение мелкодисперсного строения с элементами субмикро- и наноструктуры.

**НАПОЛНИТЕЛЬ ЭЛЕКТРОРЕОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ НА  
ОСНОВЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ДИОКСИДА ТИТАНА,  
ЛЕГИРОВАННОГО ОКСИДАМИ МЕТАЛЛОВ**

Мурашкевич А.Н.<sup>1</sup>, Алисиенок О.А.<sup>1</sup>, Жарский И.М.<sup>1</sup>, Коробко Е.В.<sup>2</sup>,  
Журавский Н.А.<sup>2</sup>, Новикова З.А.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Белорусский государственный технологический университет, Минск,  
Беларусь*

<sup>2</sup>*Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, Минск,  
Беларусь  
man@bstu.unibel.by*

В последнее время возрос интерес к диоксиду титана благодаря присущему ему ряду полезных свойств, являющихся основой к созданию новых функциональных материалов: наполнителей электрореологических жидкостей (ЭРЖ), фотокатализаторов, элементов солнечных батарей, лекарственных препаратов нового поколения на основе биоконструкций, содержащих нанодисперсный диоксид титана [1].

«Мокрая» химия предоставляет в настоящее время большой спектр методов и технологий, позволяющих получить диоксид титана с различной морфологией, поверхностными и объемными свойствами. Золь-гель метод занимает среди них особое место, благодаря возможности использования в качестве производных титана не только алкоксидов, но и неорганических соединений (хлоридов, сульфатов титана), получения нанодисперсного продукта, целенаправленного регулирования состояния системы на промежуточных стадиях, введения ряда легирующих компонентов и регуляторов структуры.

Актуальным направлением в совершенствовании свойств диоксида титана является разработка воспроизводимых методов синтеза нанодисперсного продукта, имеющего структуру анатаза, содержащего на поверхности полярные группы, способные эффективно участвовать в процессах граничной поляризации, что является одним из важнейших условий для проявления электрореологического эффекта [2]. Переход к наноразмерным компонентам дисперсной фазы в случае применения ее в качестве наполнителя ЭРЖ позволяет устранить ряд проблем, связанных с повышением устойчивости коллоидной системы, ослаблением эффектов расслоения при воздействии электрического поля.

В докладе будут представлены результаты исследований по получению наноразмерного диоксида титана, легированного оксидами металлов (Al, La, Ce, Y), золь-гель методом в присутствии ряда структуроформирующих компонентов (додециламина, гексаметилентетраамина, полиэтиленгликоля, цетилтриметиламмония бромида), его структурно-сорбционные свойства и электрореологический

отклик суспензий в трансформаторном масле. Обсуждаются результаты оптимизации состава наполнителя по количеству легирующих и структуроформирующих компонентов, влияние модифицирующих добавок на процессы кристаллизации диоксида титана.

Показано, что основными свойствами диоксида титана, определяющими его электрореологический отклик, является: развитая поверхность (100-150 м<sup>2</sup>/г) и оптимальное содержание легирующего компонента. В составе ЭРЖ (30-60 об.%) такой наполнитель обеспечивает 40-200 кратный прирост вязкости при напряженности электрического поля 3 кВ/мм, скорости сдвига 17 с<sup>-1</sup>, плотности тока до 10 мкА/см<sup>2</sup>.

*Литература:*

1. Исмагилов З. Р., Цикоза Л. Т., Шикина Н. В. и др. Успехи химии. 2009. Том 78, №9, с.942-955.
2. Мурашкевич А. Н., Алисиенок О. А., Жарский И. М., Коробко Е. В. Неорган. мат. 2013. Том 49, №2. С. 158-164.

**НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ:  
ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ**

Носкова Н.И., Волкова Е.Г.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург  
noskova@imp.uran.ru*

Исследованы электронно-микроскопическим методом «in situ» деформация и разрушение нанокристаллических материалов: чистые металлы (Cu, Ni, Mo, Ti), твердые растворы (Al-Hf, Al-Pb), сплавы (Al-Re-Sn), (Al-Mo-Sn).

Получено, что в зависимости от размера нанозерна изменяется механизм деформации: с уменьшением размера нанозерна дислокационный механизм сменяется на дислокационно-ротационный механизм, а с дальнейшим уменьшением нанозерна на ротационный. В последнем случае наблюдается растворение нанофаз и массоперенос. Механизм разрушения реализуется по границам нанозерен в виде накопления вакансий. В зависимости от размера зерна и скорости релаксационных процессов на границах нанозерен меняется форма микротрещин. Последнее приводит к разному характеру разрушения (квазивязкое, квазихрупкое, вплоть до рассыпания в порошок).

Уменьшение размера зерна до десятков нанометров в субмикрорекристаллических и нанокристаллических металлах и сплавах

сопровождается ростом их прочности и твердости (выполняется закон Холла-Петча). Однако, при достижении размеров нанозерен  $< 40$  нм наблюдается нарушение этой зависимости. Изучение активной деформации нанокристаллических металлов и сплавов в колонне электронного микроскопа показало, что деформация реализуется за счет активного движения дислокаций и их взаимодействия с границами зерен, если размер нанозерна больше 70 нм. Для нанокристаллических материалов с размером нанозерен от 40 до 6 нм механизм пластической деформации изменяется, и в нем начинают преобладать ротационные моды деформации. Ротационный механизм деформации вызывает отклонение от выполнения закона Холла-Петча.

На основании результатов исследования деформации ГЦК, ОЦК и ГПУ нанокристаллических материалов методом “in situ” можно, по-видимому, считать справедливым для всех кристаллических структур, что с уменьшением размера нанозерна в нанокристаллическом материале при деформации растяжением возникают ротационные моды деформации, которые вследствие своей кооперативности приводят к развитию мезоскопических деформационных сдвигов. Представление процесса деформации нанокристаллического материала за счет ротационных мод деформации, смещения нанозерен вдоль границ и развития малых сдвигов за счет зернограницных дислокаций в самих границах наиболее близко, по-видимому, к реальному механизму деформации.

Получение сплавов с субмикрокристаллической и нанокристаллической структурой в настоящее время позволило иметь материалы на алюминиевой основе с пределом прочности более 1500 МПа, и на железной основе с пределом прочности 3800 МПа.

### **УПРУГИЕ СВОЙСТВА АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe-P-Si, ПОЛУЧЕННОГО ПРИ ИМПУЛЬСНОЙ ФОТОННОЙ ОБРАБОТКЕ**

Вавилова В.В.<sup>1</sup>, Канькин С.В.<sup>2</sup>, Палий Н.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж  
narialii@mail.ru

Методы кратковременного воздействия (импульсное магнитное поле, пропускание высокочастотного тока, импульсное фотонное облучение) широко применяют для нанокристаллизации аморфных сплавов (АС). В работе исследованы изменения структуры и механических свойств АС на основе Fe после импульсной фотонной обработки (ИФО).

Аморфный сплав  $Fe_{78}P_{20}Si_2$  был получен методом закалки из жидкого состояния. ИФО сплава проводили в вакууме  $p=10^{-3}$  Па на установке УОЛ.П-1М, энергия поступающего на образец излучения ( $E_{и}$ ) варьировалась от 5 до 40 Дж/см<sup>2</sup>.

Структуру и упругие свойства сплава  $Fe_{78}P_{20}Si_2$  в исходном аморфном состоянии и после ИФО изучали с применением методов: рентгеновской дифракции (ARLX`TRA) и наноиндентирования (NanoHardnessTester). Индентирование производили с максимальной нагрузкой на индентор 15 мН и 30 мН, значения модуля Юнга ( $E_{\gamma}$ ) поверхностного слоя образцов определяли по методу Оливера и Фарра.

Согласно данным рентгеновской дифрактометрии АС кристаллизуется при  $E_{и} = 20$  Дж/см<sup>2</sup> с образованием нанокристаллических фаз:  $Fe_3P$ ,  $Fe_2P$ , и  $\alpha$ - $Fe(P,Si)$  при сохранении 30 % аморфной матрицы, размер выделений фазы  $Fe_3P$  составлял  $\sim 75$  нм. Полная кристаллизация сплава наблюдалась при  $E_{и} = 40$  Дж/см<sup>2</sup>, при этом новые кристаллические фазы не были обнаружены, размер выделений фазы  $Fe_3P$  не превышал 100 нм.

Таблица. Модуль упругости сплава  $Fe_{78}P_{20}Si_2$ , в аморфном состоянии и после ИФО

$E_{и}, \text{Дж/см}^2$	$E_{\gamma}, \text{ГПа}$					
	P (15 мН)			P (30 мН)		
	min	среднее	max	min	среднее	max
0	134,793	137,119	138,594	103,722	120,401	129,555
5	129,375	137,61	144,495	119,001	129,314	135,934
10	85,007	98,831	107,982	77,607	83,291	94,929
15	135,639	138,646	143,521	123,289	128,348	132,433
20	180,978	183,655	186,412	176,031	182,246	194,075
40	118,154	132,129	151,038	110,59	122,42	134,43

В исходном аморфном состоянии модуль Юнга сплава составлял  $130 \pm 10$  ГПа, с увеличением энергии поступающего на образец излучения  $E_{и}$  модуль Юнга изменялся немонотонно (см. Таблицу): при  $E_{и} = 20$  Дж/см<sup>2</sup> зафиксировано максимальное значения модуля  $E_{\gamma} = 182 \pm 10$  ГПа, а при  $E_{и} = 40$  Дж/см<sup>2</sup> (полная кристаллизация) значение  $E_{\gamma}$  мало отличалось от первоначального. Подобный характер зависимости модуля Юнга от энергии поступающего на образец излучения наблюдался ранее при измерении модуля методом механоскопии.

Таким образом, варьируя энергию поступающего на образец излучения  $E_{и}$  возможно получать аморфно-нанокристаллические сплавы с регулируемыми параметрами структуры и заданным уровнем механических свойств.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ р\_центр\_а № 13-03-97523.*

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УГЛЕРОДИСТОЙ  
ПРОВОЛОКИ ПОСЛЕ НЕПРЕРЫВНОГО МЕТОДА  
ДЕФОРМАЦИОННОГО НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ**

Полякова М.А., Гулин А.Е., Жеребцов М.С.

*Магнитогорский государственный технический университет  
им. Г.И. Носова, Магнитогорск  
walter\_chel@mail.ru*

На кафедре машиностроительных и металлургических технологий разработан непрерывный процесс деформационного наноструктурирования проволоки, основанный на комбинировании традиционных методов обработки металлов: кручения и волочения. Схема деформирования включает знакопеременное скручивание, знакопеременный изгиб, обжатие в волоках и растяжение [1].

Исследовались механические свойства (предел прочности, относительное сужение, относительное удлинение, количество скручиваний по направлению кручения и против, количество гибов, условный предел текучести) проволоки из стали марки 3 и стали марки 70 после различных режимов деформации: начальный диаметр 3,00 мм, обжатие в первой волоке 16 %, обжатие во второй волоке 14 %, количество оборотов в минуту скручивающего блока варьировалось от 0 до 210 для стали марки 3 и от 0 до 260 для стали марки 70. Ограничение диапазонов скоростей скручивания обуславливается прочностью каждой марки стали.

Для проволоки с разным содержанием углерода изменение механических свойств носит различный характер. Причем изменение пластических свойств происходит интенсивнее по сравнению с прочностными свойствами. Характер изменения большинства механических характеристик (см. рисунок) имеет синусоидальный (относительное сужение, условный предел текучести стали марки 70, количество гибов) или косинусоидальный (относительное удлинение, предел прочности стали марки 3) характер с экстремумами при 50 об/мин и 150-200 об/мин. Таким образом, после реализации данного метода по сравнению с волочением при тех же обжатиях максимальный прирост относительного удлинения при максимальных оборотах составил 1,5 % для стали марки 3 и 32,5 % для стали марки 70, причем предел прочности и условный предел текучести увеличиваются на 10 % для стали марки 3 и снижаются на 3,2 % и 3,9 % для стали марки 70 соответственно. Относительное сужение стали марки 3 увеличилось на 3 %, а количество гибов на 12,5 % при 45-70 об/мин, относительное сужение стали марки 70 увеличилось на 4,2 % при 130-160 об/мин при одновременном снижении количества гибов на 13,3 %.

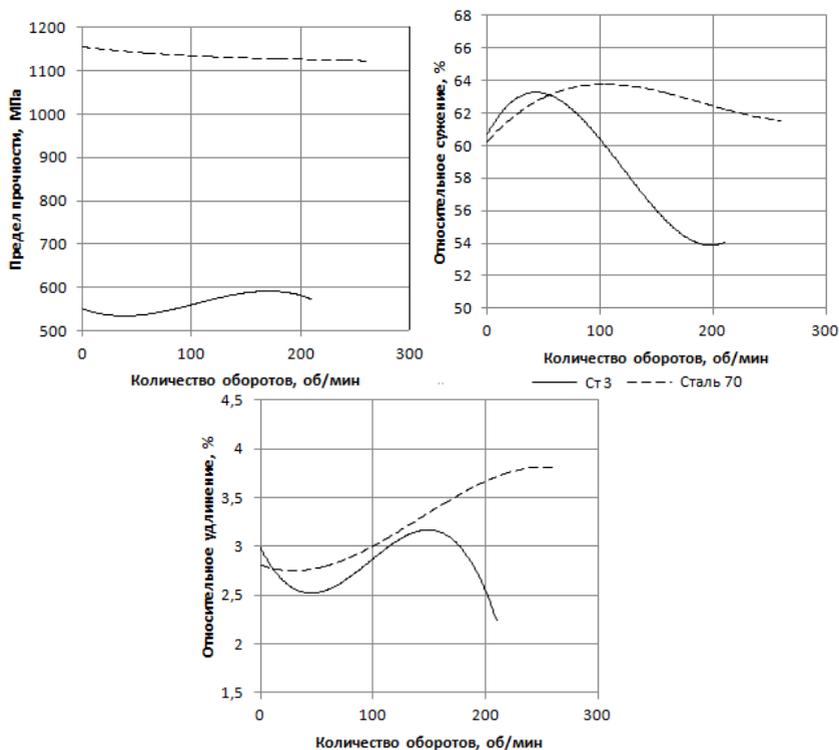


Рисунок 1 – Механические свойства проволоки

Полученные результаты могут быть использованы при проектировании технологии изготовления проволоки.

1. Чукин М.В., Полякова М.А., Голубчик Э.М., Рудаков В.П., Гулин А.Е., Носков С.Е. Способ получения ультрамелкозернистых полуфабрикатов волочением с кручением. Патент РФ № 2467816 на изобретение. МПК В21С1/00 // ОБИ, 2012. № 33. С. 112.

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 08X18N10Т ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ И ЦИКЛИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

Рыбальченко О.В.<sup>1,2</sup>, Терентьев В.Ф.<sup>1</sup>, Беляков А.Н.<sup>2</sup>,

Рааб Г.И.<sup>3</sup>, Просвирнин Д.В.<sup>1</sup>, Скротцки В.<sup>4</sup>, Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>НИТУ «МИСис», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов, Москва

<sup>3</sup>Белгородский государственный университет, Белгород

<sup>4</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа

<sup>5</sup>Технический университет, Дрезден, Германия

rybalch@mail.ru

Методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного и EBSD анализа изучали процессы структурообразования в ходе равноканального углового прессования (РКУП) и последующего циклического деформирования при усталостных испытаниях аустенитной нержавеющей стали 08X18N10Т. Кроме того определяли механические свойства стали после РКУП при температурах 20 °С и 400 °С при статическом и циклическом нагружении.

В процессе РКУП при комнатной температуре выявлено формирование ориентированной субзеренной структуры с размером структурных элементов 100-250 нм, а также интенсивное двойникование в аустените. В ходе деформации методом РКУП при температуре  $T=20$  °С протекает мартенситное превращение. Количество мартенсита достигает 38%.

Аустенитная зеренно-субзеренная структура, сформированная в процессе РКУП при температуре 400 °С, носит несколько ориентированный характер с размером структурных элементов 100-500 нм и большим количеством двойников деформации.

В стали 08X18N10Т после РКУП при комнатной температуре частично субмикроструктурная ориентированная структура в аустенито-мартенситном состоянии определяет сильное деформационное упрочнение:  $\sigma_{0,2} = 1173$  МПа и относительное удлинение  $\delta = 10$  %, по сравнению с исходным состоянием:  $\sigma_{0,2} = 225$  МПа, относительное удлинение  $\delta = 80$  %. РКУП при  $T = 400$  °С приводит к снижению прочностных характеристик ( $\sigma_{0,2} = 700$  МПа), по сравнению с состоянием после РКУП при комнатной температуре, однако пластичность при этом увеличивается более чем в два раза ( $\delta = 27$  %).

Характеристики усталостного разрушения образцов из стали 08X18N10Т в условиях повторного растяжения после РКУП при комнатной температуре выше, чем, в состоянии после закалки: предел

усталости на базе  $8 \cdot 10^6$  циклов нагружения увеличился на 100 МПа и составил 350 МПа, а ограниченная долговечность в сравнимом диапазоне напряжений - в 5 - 10 раз больше. РКУП при 400°C приводит к повышению предела усталости до 465 МПа.

Усталостная прочность повышается за счет измельчения структуры и двойникования в аустените в ходе РКУП, а также за счет интенсивного динамического двойникования, частичного мартенситного превращения и увеличения доли большеугловых границ в ходе циклической деформации. Основным фактором повышения предела усталости стали после РКУП при 400°C по сравнению комнатной, по-видимому, является измельчение зеренной структуры, повышение доли высокоугловых границ и протекание частичного мартенситного превращения в преимущественно аустенитной УМЗ матрице в ходе циклических испытаний.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001 от 24.06.2013)*

### **ИЗМЕНЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ПОЛИТИТАНАТА КАЛИЯ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ОБРАБОТКЕ, МОДИФИЦИРОВАННОГО ИОНАМИ НИКЕЛЯ**

Саунина С.И.<sup>1</sup>, Ягафаров Ш.Ш., Третьяченко Е.В.<sup>2</sup>, Гороховский А.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Челябинский государственный университет, Челябинск*

<sup>2</sup>*Саратовский государственный технический университет*

*им. Гагарина Ю.А., Саратов*

*trev07@rambler.ru*

Методом рентгеноструктурного анализа изучено влияние модификации в растворе сульфата никеля на фазовый состав протонированного полититаната калия (ПТКП), прошедшего термообработку в течение 2 часов при температурах 650, 850 и 1100°C. Исследованные образцы ПТКП предварительно обрабатывали неионогенными ПАВ (оксиэтилированными алкилфенолами). Для части образцов проведена дополнительная обработка ультразвуком (УЗ). Полученные в результате порошки высушивали, а затем модифицировали в растворе NiSO<sub>4</sub> (содержание никеля в конечном продукте в пересчете на оксид - 1,2 %). Для сравнения были приготовлены образцы ПТКП, модифицированные никелем в том же соотношении, но без предварительной обработки НПАВ.

На рентгенограммах всех исходных образцов, присутствуют дифракционные линии рутила, а в интервале углов  $2\theta \sim$  от 30 до 40 градусов наблюдается широкий дифракционный максимум, который, по-

видимому, формируется путем наложения интенсивных максимумов нанодисперсных  $K_2Ti_6O_{13}$  и  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$ .

После термообработки при  $650^\circ C$  во всех образцах появляется новая фаза - анатаз, количество которой в 2÷3 раза превосходит содержание рутила. Интегральная ширина дифракционного максимума полтитанатов в интервале углов  $2\theta$  от  $\sim 30$  до  $40$  градусов уменьшается по сравнению с исходными образцами примерно в три раза, а интенсивность его возрастает. Одновременно с широким дифракционным максимумом, обусловленным рассеянием рентгеновского излучения нанодисперсным полтитанатом, на рентгенограмме при  $2\theta \sim 29,44$  градуса присутствует максимум фазы  $K_2Ti_6O_{13}$ , средние размеры ОКР которой  $\sim 60$  нм.

При повышении температуры до  $850^\circ C$  в образце содержащем NiO в количестве 1,2 масс.% присутствуют фазы рутила, анатаза,  $K_2Ti_6O_{13}$  и  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$ . При этом количество нанодисперсных фаз  $K_2Ti_6O_{13}$  и  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$  уменьшается и формируются достаточно крупные ( $\sim 100$  нм) кристаллы  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$ . Крупные кристаллы  $K_2Ti_6O_{13}$  не образуются. Однако, в образцах, модифицированных неионогенными ПАВ, а также дополнительно обработанных ультразвуком, интегральная ширина дифракционного максимума фазы  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$   $\sim$  в 2 раза больше, по сравнению с не модифицированными средние размеры ОКР фазы составляют  $\sim 50$  нм. Крупные кристаллы  $K_2Ti_6O_{13}$  также не образуются.

После термообработки при  $1100^\circ C$  в образце не модифицированного полтитаната калия присутствуют фазы рутил,  $K_2Ti_6O_{13}$  и  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$ . Дифракционный максимум 130 соответствующий фазе  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$ , по сравнению с аналогичным образцом, отожженным при  $850^\circ C$ . Наблюдается уменьшение интегральной ширины дифракционного максимума 310  $K_2Ti_6O_{13}$   $\sim$  в два раза, размеры ОКР составляют  $\sim 60$  нм. В модифицированных образцах происходит незначительное уменьшение интегральной ширины 310 максимума фазы  $K_2Ti_6O_{13}$ . В то же время интегральная ширина 130 максимума  $K_{1,35}Ti_8O_{16}$  не изменяется. При этом на рентгенограмме в интервале углов  $2\theta$  от  $\sim 30$  до  $40$  градусов присутствует широкий дифракционный максимум, что свидетельствует о не полной перекристаллизации полтитанатов калия в модифицированных образцах.

**ИЗМЕНЕНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ  
ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНОГО И УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА  
В ПРОЦЕССЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ  
И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ  
ОБРАБОТКИ**

Тюменцев В.А., Фазлитдинова А.Г.

*Челябинский государственный университет, Челябинск  
tyum@csu.ru*

Методом рентгеноструктурного анализа получены данные по компонентному составу и текстуре полиакрилонитрильных (ПАН) нитей, зависимости размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) от угла ориентировки относительно оси нити. Показано, что структура кристаллической составляющей ПАН нити представлена двумя видами областей когерентного рассеяния (ОКР1 и ОКР2), отличающимися на порядок средними размерами.

Рассмотрено влияние температуры изотермической обработки и величины вытягивающей нагрузки на изменение линейных размеров полиакрилонитрильных нитей, изготовленных с применением диметилсульфоксида и диметилформамида, в процессе перехода в структуру термостабилизированного волокна. Установлено, на начальной стадии термомеханической обработки, соответствующей удлинению жгута, наблюдается совершенствование структуры ПАН нити, происходит наиболее активный рост размеров ОКР1, ориентированных параллельно оси нити. Изучено изменение фазового состава, средних размеров ОКР и текстуры ПАН нити в процессе последующей низкотемпературной (245÷290°C) изотермической термомеханической обработки в атмосфере воздуха, сопровождающейся усадкой материала. Показано, увеличение вытягивающей нагрузки стимулирует процесс текстурирования материала. Повышение температуры термостабилизации, а также вытягивающей нагрузки на жгут обуславливает существенное уменьшение времени, в течение которого развивается процесс диспергирования ОКР1 и образования новой высокодисперсной фазы ОКР3. Фазовый переход структуры ПАН в структуру термостабилизированного волокна происходит путем формирования в локальных микрообъемах размером порядка 1 нм новой высокодисперсной фазы – ОКР3. Увеличение количества таких микрообъемов сопровождается постепенным диспергированием ОКР1 и нарушением текстуры не вступившего во взаимодействие полиакрилонитрила.

Изучена структура, в том числе текстура углеродных волокон, отличающихся условиями получения и изготовленных на основе ПАН.

Показано, что анализ профиля асимметричного дифракционного максимума 002 материала углеродного волокна позволяет получить данные о его тонкой структуре. Разделение экспериментально наблюдаемых асимметричных дифракционных максимумов проводили на минимальное число симметричных, соответствующих отмеченным в литературе возможным метастабильным состояниям (компонентам), значения межслоевого расстояния которых:  $d_{002}^1 = 0,335$ ,  $d_{002}^2 = 0,337$ ,  $d_{002}^3 = 0,340$ ,  $d_{002}^4 = 0,3425$ ,  $d_{002}^5 = 0,3440$  и  $d_{002}^6 = 0,367$  нм. С целью уточнения качества разделения максимума 002 на составляющие были записаны и проанализированы профили максимумов 004 и 006 слабой интенсивности – 10 и 1%. Из результатов анализа следует, что экспериментально наблюдаемые асимметричные максимумы при каждом фиксированном значении угла ориентировки ОКР  $\varphi = 0, 1, 2, 3, 4, 5$  и  $6$  градусов относительно оси нити могут быть представлены как сумма трех, описываемых функцией Гаусса (в углеродном материале одновременно присутствуют три компонента).

Показано, компонентный состав текстурированного материала углеродных волокон определяется условиями получения (температура и продолжительность термомеханической обработки, количество вводимой борсодержащей добавки) и зависит от угла ориентировки ОКР относительно оси нити. Размеры ОКР по мере перехода к компонентам, соответствующим меньшим значениям  $d_{002}$ , увеличиваются. При возрастании угла ориентировки  $\varphi$  уменьшаются как средние размеры ОКР одной и той же компоненты, так и количество материала компонент, межслоевое расстояние  $d_{002}$  которых наиболее близко к таковому графита.

## **ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ И УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ КАРБИДА БОРА ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА ЕГО МИКРОСТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

Урбанович В.С.<sup>1</sup>, Шипило Н.В.<sup>1</sup>, Нечепуренко А.С.<sup>2</sup>, Гарипов О.Ф.<sup>2</sup>,  
Шатилина А.М.<sup>1</sup>, Matovic B.<sup>3</sup>, Boskovic S.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь

<sup>2</sup>Уральский научно-исследовательский химический институт с опытным заводом, Екатеринбург

<sup>3</sup>Vinca Institute of Nuclear Sciences, Serbia  
shipilo@ifftp.bas-net.by

Карбид бора является тугоплавким соединением с высокой твердостью, износостойкостью, температурой плавления, низким

удельным весом, химической инертностью и находит применение во многих отраслях промышленности.

Спекание под высоким давлением, в отличие от горячего прессования, позволяет ускорить процесс консолидации порошка и получить практически беспористую, мелкозернистую керамику с высокими эксплуатационными характеристиками без использования активирующих добавок.

Целью данной работы являлось исследование влияния условий спекания под высоким давлением без активирующих добавок порошка карбида бора различной дисперсности на микроструктуру и физико-механические свойства полученной керамики.

В качестве исходных использовались порошки карбида бора  $B_4C$  (S) (“Н.С. Stark”, Германия) со средним размером частиц 3 мкм и  $B_4C$  (E) (ФГУП «УНИХИМ с ОЗ», г. Екатеринбург) с размерами частиц 270–300 нм и 4,5 мкм. Спекание производилось в аппаратах высокого давления типа «наковальни с углублениями» при давлении 4 ГПа, температурах 1200–2000 °С с выдержкой от 1 до 4 мин. Исследованы микроструктура, фазовый состав, плотность, твердость и трещиностойкость спеченных образцов. Твердость по Виккерсу определялась при нагрузке 10 Н.

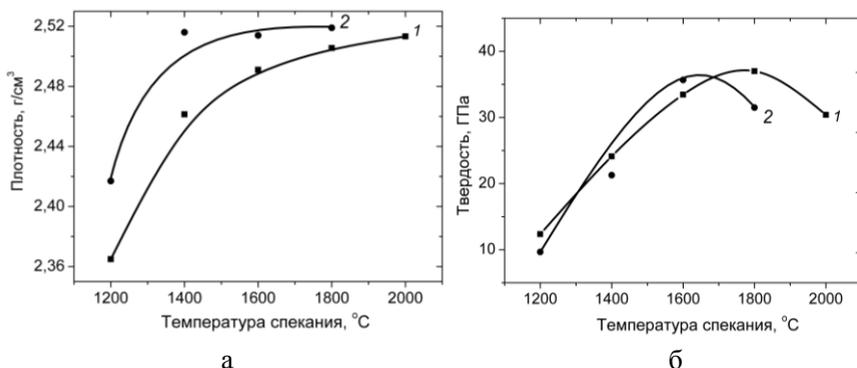


Рисунок 1 - Зависимости плотности (а) и твердости (б) образцов  $B_4C$  от температуры спекания: 1 –  $B_4C$  (E), 2 –  $B_4C$  (S).  $P = 4$  ГПа,  $\tau = 1$  мин.

Как следует из рис. 1, наиболее высокую плотность имеют образцы из более дисперсного порошка  $B_4C$  (S). Установлена немонотонная зависимость твердости образцов  $B_4C$  от температуры и времени спекания. Получен керамический материал с плотностью близкой к теоретической и высокими физико-механическими свойствами.

**ФРИКЦИОННАЯ ОБРАБОТКА ПРУЖИННЫХ СТАЛЕЙ:  
НАНОСТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА**

Бараз В.Р., Филиппов М.А., Федоренко О.А.  
*Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,  
Екатеринбург  
Filma1936@mail.ru*

Специфические условия работы большинства пружинных изделий требуют применения сталей и сплавов с высоким уровнем прочностных и упругих свойств, достаточной пластичности, повышенной релаксационной и усталостной стойкости.

Пружинные сплавы являются высокопрочными материалами, поскольку способность воспринимать и передавать значительные силовые нагрузки, исключая при этом возможность протекания даже малейшей остаточной деформации, – это одно из основных функциональных свойств упругих элементов. Подобное качество особо важно для пружин, используемых для точных приборов, прецизионных измерительных устройств. Кроме того, такие изделия обычно эксплуатируются в условиях преобладающего воздействия крутящих и изгибных нагрузок. Это означает, что при такой схеме нагружения максимальные напряжения возникают на поверхности упругих элементов. Данное обстоятельство закономерно диктует необходимость применения таких высокопрочных материалов, которые характеризуются повышенным сопротивлением пластической деформации поверхностных участков. Вот почему внимание привлекают технологии, позволяющие целенаправленно обеспечивать поверхностное упрочнение таких материалов. Среди них очевидный интерес могут представлять методы поверхностной обработки, основанные на применении пластического деформирования.

Поверхностная пластическая деформация осуществляется инструментом, деформирующие элементы которого (шарики, ролики или тела иной конфигурации) взаимодействуют с обрабатываемой поверхностью по схемам качения, скольжения или внедрения.

В условиях трения скольжения в поверхностном слое металлических материалов наблюдаются заметные структурные изменения. Они инициируются сильной пластической деформацией в зоне фрикционного контакта соприкасающихся материалов, их возможным разогревом вследствие выделения тепла трения, влиянием окружающей среды. В результате в тонком приповерхностном слое образуются ультрадисперсные структуры. Показано, что формирование подобной

структуры осуществляется преимущественно ротационным (поворотным) механизмом деформации.

В настоящей работе изучено влияние поверхностной фрикционной обработки на структуру и свойства пружинных сталей мартенситного и аустенитного классов. В качестве обрабатываемого материала использовалась плющенная лента из указанных материалов, фрикционное деформирование осуществлялось за счет контактного перемещения твердосплавного индентора.

Электронно-микроскопическим исследованием установлено, что подобная обработка приводит к формированию в поверхностном слое (глубиной до 10 мкм) сильно фрагментированной тонкой структуры нанокристаллического масштаба. Наблюдается повышение микротвердости, условного предела упругости, однако наиболее существенно растёт сопротивление усталостному разрушению. Отмечено также повышение релаксационной стойкости и снижение сопротивления исследованных сталей повторному нагружению с обратным знаком (эффект Баушингера).

### **СВОЙСТВА КЕРАМИК SiC, В<sub>4</sub>C, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАНОПОРОШКОВ**

Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Хасанов А.О., Качаев А.А.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,*

*Томск*

*hasanov@tpu.ru*

Целью работы было исследование влияния на физико-механические свойства и микроструктуру карбидных керамик добавок наноструктурных порошков SiC, В<sub>4</sub>C к коммерческим порошкам микронных фракций такого же состава.

К порошку SiC со средним размером частиц 0,9 мкм добавляли нанопорошок SiC производства Neomat со средним размером частиц 60 нм (удельная поверхность 32 м<sup>2</sup>/г) в количестве до 10мас.%.

К порошку В<sub>4</sub>C (марка М-5-П, ГОСТ 3647-80) со средним размером частиц 4,7 мкм добавляли порошок того же состава со средним размером частиц 880 нм в количестве до 10мас.%. Такой ультрадисперсный порошок получали диспергированием стандартного порошка в пневматическом циркуляционном аппарате [1].

Спекание проводили в искровых разрядах плазмы (метод spark plasma sintering - SPS) на установке SPS 515S (SPS SYNTEX).

Микроструктура спеченных керамических образцов исследовалась на сканирующем электронном микроскопе JSM-7500FA JEOL,

микротвердость  $H_v$  и трещиностойкость  $K_{Ic}$  полированных образцов определялись индентированием пирамидки Виккерса на приборе ПМТ-3М ЛОМО. Плотность  $\rho$  определялась с помощью гелиевого пикнометра Ultrapycnometer 1000 Quantachrome.

Полученные значения физико-механических свойств образцов SiC представлены в таблице.

Размер зерен в спеченной керамике SiC не превышал 5 мкм.

Для керамики  $B_4C$ , содержащей 10% ультрадисперсной фракции, были достигнуты высокая плотность (98%), микротвердость  $H_v=47,9$  ГПа совместно с высокими значениями трещиностойкости  $K_{Ic}$  до 15 МПа\*м<sup>1/2</sup>.

Концентрация нанопорошка, мас.%	$\rho$ , %	$H_v$ , ГПа	$K_{Ic}$ , МПа*м <sup>1/2</sup>
0	97,8	27,79	5,40
1	98,3	30,41	5,18
5	98,7	25,22	7,09
10	98,7	29,88	5,16

СЭМ-анализ изображений сколов исследуемых керамических материалов SiC,  $B_4C$  показал, что, методом SPS в оптимальных режимах и с оптимальным содержанием нано- или ультра-дисперсных порошков возможно получать плотные образцы с совершенной зеренной структурой и качественными межзеренными границами.

*Работа поддержана Минобрнауки РФ (Госзадание «Наука»). Авторы признательны профессору Бирюкову Ю.А. за диспергирование порошка карбида бора.*

1. Белов Н.Н., Бирюков Ю.А., Росляк А.Т. и др. // ДАН, 2004, т.397, №3, с.337-341.

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### СТРУКТУРА ЭЛЕКТРООСАЖДЕННЫХ МЕДНЫХ НАНОПРОВОЛОК ПОСЛЕ ОТЖИГА В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР

Конькова Т.Н.<sup>1,2</sup>, Миронов С.Ю.<sup>3</sup>, Ке И.<sup>4</sup>, Онуки Д.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Университет Ибараки, Департамент материаловедения, Хитачи, Япония

<sup>2</sup>Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа

<sup>3</sup>Университет Тохоку, Сендай, Япония

<sup>4</sup>Университет Ибараки, Хитачи, Япония

*tnkonkova@mx.ibaraki.ac.jp; konkova\_05@mail.ru*

Современная тенденция уменьшения габаритов электронных приборов проявляется и в стремлении сократить размеры полупроводников вплоть до нанодиапазона. Для получения таких полупроводников обычно используется процесс электроосаждения меди. Однако с сокращением ширины медных нанопроволок их электросопротивление существенно возрастает [1,2], что связывается с рассеянием электронов на боковых стенках и границах зерен, так как размер зерен в нанопроволоках достигает длины свободного пробега электронов (~40 nm). Одним из путей решения этой проблемы является отжиг, который приведет к формированию крупнозернистой структуры. В связи с ограниченностью данных на сегодняшний день исследование структуры электроосажденной меди представляет большой интерес. Необходим более систематический анализ для понимания механизма роста зерен и обеспечения контроля формирования структуры в медных полупроводниках. В данном контексте в работе представлено детальное исследование зеренной структуры и текстуры электроосажденных нанопроволок после отжига в широком диапазоне температур.

Предварительно электроосажденные в специальные тренчи (рис. 1а) медные нанопроволоки (ширина ~80 nm) подвергнуты часовому отжигу при температуре 200-500°C в вакууме. Анализ микроструктуры проведен в верхней и нижней части тренча (после полирования высота тренча ~200 и 50 nm соответственно), а также в осажденном слое (рис.1б) посредством EBSD метода на сканирующем электронном микроскопе Hitachi S-4300SE.

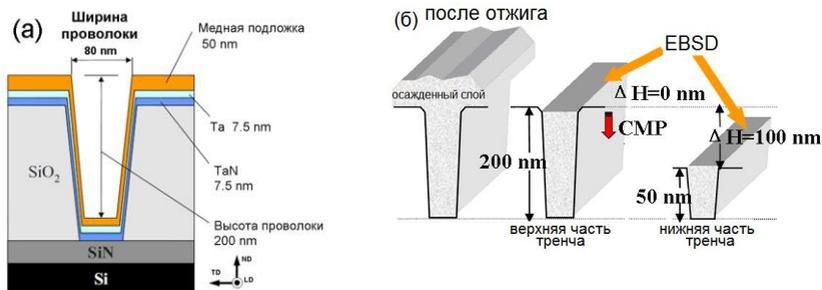


Рис. 1. Схема поперечного сечения тренча до электроосаждения (а); подготовка образцов для EBSD (б).

Результаты анализа показали, что зеренная структура в осажденном слое характеризуется существенно большим размером зерен после отжига 200°C. Однако термическая обработка при более высокой температуре не привела к значительным изменениям в зеренной структуре ни в осажденном слое, ни внутри проволок. Анализ текстуры свидетельствует о росте зерен как “сверху вниз” - из осажденного слоя в проволоку, так и “снизу вверх” - из нижней части проволоки. Зеренная структура как в осажденном слое, так и в самих проволоках стабилизировалась по достижении одинаковой поверхности границ зерен (длины границ зерен отнесенной к площади EBSD карты). Это является косвенным признаком того, что рост зерен в осажденных медных нанопроволоках контролировался частицами второй фазы, являющимися следствием процесса электроосаждения.

### Литература

- [1] W. Steinhogl, G. Schindler, G. Steinlesberger, M. Traving, M. Engelhardt, Comprehensive study of the resistivity of copper wires with lateral dimensions of 100 nm and smaller, *J. Appl. Phys.*, 97, №2 023706, 2005.
- [2] V. Carreau, S. Maîtrejean, M. Verdier, Y. Bréchet, A. Roule, A. Toffoli, V. Delaye, G. Passemard, Evolution of Cu microstructure and resistivity during thermal treatment of damascene line: influence of line width and temperature, *Microelectron. Eng.*, 84, №11, 2007, pp. 2723-2728.

## **СТРУКТУРА, ТЕКСТУРА И СВОЙСТВА МАГНИЕВОГО СПЛАВА Mg-0,3%Ca ПОСЛЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>, Рохлин Л.Л.<sup>1</sup>, Салищев Г.А.<sup>3</sup>, Копылов В.И.<sup>3</sup>,

Серебряный В.Н.<sup>1</sup>, Степанов Н.С.<sup>3</sup>, Тарытина И.Е.<sup>1</sup>, Курочев И.С.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>НИТУ «МИСиС», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов, Москва

<sup>3</sup>Белгородский государственный университет, Белгород

*ilya.kuroshev@mail.ru*

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) известна как эффективный метод повышения прочностных свойств металлических материалов за счет формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры. Магниевые сплавы имеют гексагональную симметрию кристаллической решетки и относительно малую пластичность при комнатной температуре. В этой связи уделяется особое внимание формированию в магневых сплавах УМЗ структуры, как одному из решающих факторов, обеспечивающих повышение низкотемпературной пластичности данных материалов.

Имеется много методов ИПД, но получение массивных заготовок возможно, в основном, методами равноканального углового прессования (РКУП), мультиосевой деформации (МД) и

винтовой экструзии. Для эффективного использования РКУП магневых сплавов необходима

предварительная проработка исходной литой структуры. Обычно это делают экструзией.

Целью настоящей работы являлось :

1. изучение возможности применения мультиосевой деформации как предварительной операции перед равноканальным угловым прессованием;

2. исследование структуры и свойств после мультиосевой деформации

В работе рассмотрено изменение структуры, свойств и текстуры сплава Mg-0,3%Ca после мультиосевой деформации и равноканального углового прессования. Мультиосевая деформация проводилась с суммарной степенью истинной деформации 27,5 – 32,5 по двум режимам: с понижением температуры в интервале 425 - 375°С и 400 -325°С. В первом случае получили структуру сплава Mg-0,3%Ca после динамической рекристаллизации с размером зерна 15-20 мкм, а во втором случае – с размером зерна 1–2 мкм. Также изучалась возможность применения мультиосевой деформации после первого режима как предварительной операции перед равноканальным угловым

прессованием. РКУП проводили по двум режимам: при температуре 275°C по маршруту А за 1 проход и при температуре 325°C по маршруту Вс за 4 прохода. После мультиосевой деформации по первому режиму предел прочности достигает  $\sigma_b=110$  МПа при  $\delta=34\%$ . После РКУП при 275°C (N=1) и при 325°C (N=4) предел прочности повышается до  $\sigma_b=170$  МПа при  $\delta=25\%$  и до  $\sigma_b=160$  МПа при  $\delta=30\%$ , соответственно. После мультиосевой деформации по второму режиму предел прочности достигает  $\sigma_b=194$  МПа при  $\delta=39\%$ .

Текстуру исследовали на рентгеновском текстурном дифрактометре ДРОН-7 в  $\text{CuK}\alpha$  – излучении методом «на отражение» с помощью съемки пяти неполных полюсных фигур  $\{00.4\}$ ,  $\{21.1\}$ ,  $\{10.2\}$ ,  $\{10.3\}$ ,  $\{11.0\}$  с максимальным углом наклона  $\alpha_{\text{max}}=70^\circ$  и с шагом по углам  $\alpha$  и  $\beta$ , равным  $5^\circ$  ( $\alpha$  и  $\beta$  – радиальный и азимутальный углы на полюсной фигуре). ФРО и объемные доли основных ориентировок рассчитывали методом аппроксимации большим числом Гауссовских нормальных распределений.

После мультиосевой деформации в сплаве формируется довольно острая текстура типа  $(10-10)\langle 11-20\rangle$ . После РКУП по 1 маршруту текстура сплава – смешанная. Она состоит из ориентировок, присущих мультиосевой деформации и новых ориентировок в виде наклоненной на  $\sim 45-50^\circ$  к направлению прессования базисной текстуры, образующихся в результате больших сдвиговых деформаций в плоскости пересечения каналов. После РКУП по маршруту 2 в сплаве присутствует лишь один тип текстуры в виде наклоненной (на  $45-50^\circ$  к направлению прессования) базисной текстуры.

Таким образом, исходя из того, что наблюдается повышение прочностных свойств после РКУП, можно сделать вывод о том, что мультиосевая деформация может быть применена в качестве предварительной обработки сплава перед равноканальным угловым прессованием. Можно утверждать, что РКУП изменяет текстуру сплава от призматической, характерной для мультиосевой деформации, которой подвергалась исходная заготовка, к наклоненной базисной текстуре. Также видно, что мультиосевую деформацию можно использовать как финишную операцию для получения УМЗ структуры.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты 11-03-00335 и 13-03-00564) и Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.A12.31.0001).*

## ОБРАЗОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ ПРИ РАСПАДЕ ПЕРЕСЫЩЕННОГО ТВЕРДОГО РАСТВОРА В СПЛАВАХ Mg-Sm-Tb

Лукьянова Е.А., Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Королькова И.Г.

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
helenelukyaynova@gmail.com

Сплавы на основе системы Mg-Sm-Tb представляют интерес как легкие конструкционные материалы, на которых могут быть достигнуты высокие прочностные свойства при близких к комнатной и повышенных температурах. Особенностью тройной системы Mg-Sm-Tb является существование достаточно протяженной области магниевого твердого раствора, которая суживается с понижением температуры [1]. Это предопределяет возможность образования в сплавах Mg-Sm-Tb пересыщенного твердого раствора и его распад при старении, который сопровождается упрочнением. Наиболее высокие прочностные свойства сплавы Mg-Sm-Tb показывают в состаренном состоянии.

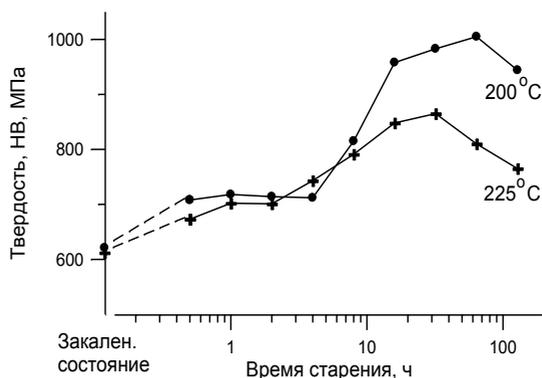
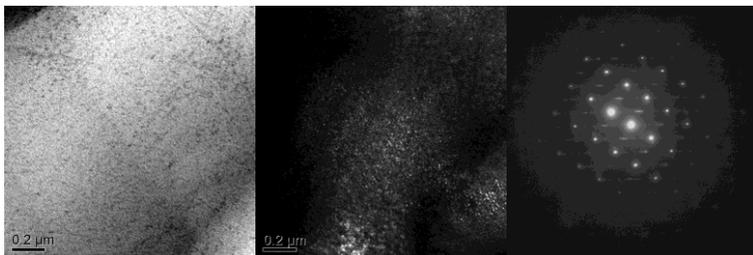


Рис.1. Изменение твердости при старении сплава Mg-2,96%Sm-6,6%Tb.

Упрочнение типичного сплава системы Mg-Sm-Tb при старении характеризуют кривые изменения твердости, показанные на Рис.1.

Электронномикроскопическое исследование структуры сплава на просвет показало, что при упрочнении в пределах твердого раствора образуются наноразмерные частицы метастабильной орторомбической фазы, упрочняющие сплав. На Рис.2 приведены типичные микроструктуры и электронограммы, показывающие распад твердого раствора и образующиеся в нем наночастицы.



Светлое поле                      Темное поле                      Микродифракция  
Рис.2. Микроструктура и микродифракция сплава Mg-4,35%Sm-11,5%Tb после старения 200°C, 8 ч.

[1] Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Лукьянова Е.А., Королькова И.Г., Поликанова А.С. Исследование фазовых равновесий в богатых магнием сплавах системы Mg-Sm-Tb // Металлы, 2010, № 4, С. 99-106.

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАГНИЕВОГО СПЛАВА  
Mg-5%Y-5%Gd-0,4%Zr ПОСЛЕ СДВИГА ПОД ДАВЛЕНИЕМ**  
Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>, Рохлин Л.Л.<sup>1</sup>, Мурашкин М.Ю.<sup>3</sup>, Добаткина Т.В.<sup>1</sup>,  
Тарытина И.Е.<sup>1</sup>, Лукьянова Е.А.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup>НИТУ «МИСиС», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов,  
Москва

<sup>3</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа  
[helenelukyayanova@gmail.com](mailto:helenelukyayanova@gmail.com)

В настоящее время большое внимание уделяется использованию интенсивной пластической деформации (ИПД) как метода получения ультрамелкозернистых материалов с принципиально новым комплексом физико-механических свойств. Применение ИПД к магниевым сплавам, которые широко используются как легкие конструкционные материалы для различных областей техники, изучено в меньшей степени по сравнению с другими материалами. Представляются интересными исследования влияния ИПД на структуру и свойства магниевых сплавов, легированных редкоземельными металлами (РЗМ), и особенно сплавов, которые с РЗМ образуют большие области твердых растворов и которые в процессе старения подвержены дисперсионному твердению.

Целью работы было изучение структуры и свойств сплава Mg-5%Y-5%Gd-0,4%Zr (сплав ИМВ7-1) после ИПД кручением под гидростатическим давлением (КГД) и последующего старения.

В результате работы было показано, что ИПД методом КГД позволяет значительно повысить прочностные характеристики магниевого сплава как в исходном состоянии после закалки, так и после старения при температурах 175 и 200°C. Например, КГД при 200°C приводит к  $\sigma_{в}=475$  МПа при  $\delta=2,5\%$ . При этом, упрочнение, созданное при КГД, сохраняется при нагреве вплоть до 250°C для сплава Mg-Y-Gd-Zr, а его разупрочнение не наступает даже после 128 ч выдержки при 200°C (максимальное время старения, которое было использовано в работе). Исследование микроструктуры сплавов после КГД показало значительное измельчение структуры до 100 - 150 нм.

Таким образом, показана возможность получения в процессе КГД ультрамелкозернистой структуры в магневом сплаве Mg-5%Y-5%Gd-0,4%Zr, термостабильной при нагреве до 250°C, и значительного повышения их прочностных свойств.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 13-03-00564) и Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001).*

### **ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КРУЧЕНИЯ ПОД КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ 06МБФ**

Майер Г.Г.<sup>1</sup>, Астафурова Е.Г.<sup>1</sup>, Кошовкина В.С.<sup>2</sup>, Тукеева М.С.<sup>1</sup>,  
Мельников Е.В.<sup>1</sup>, Кретов Ю.Л.<sup>1</sup>, Одесский П.Д.<sup>3</sup>, Добаткин С.В.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

<sup>2</sup>*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск*

<sup>3</sup>*Центральный научно-исследовательский институт строительных  
конструкций имени В.А. Кучеренко, Москва*

<sup>4</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
galinazg@yandex.ru*

В работе исследовали структуру и механические свойства стали 06МБФ (Fe-0,1Mo-0,6Mn-0,8Cr-0,2Ni-0,3Si-0,2Cu-0,1V-0,06Nb-0,09C, мас.%) в ферритном состоянии (закалка от 920°C-0,5 ч., затем отпуск 670°C-1 ч.) после интенсивной пластической деформации кручением под квазигидростатическим давлением (КГД). КГД проводили под давлением 4 ГПа на наковальнях Бриджмена при температуре  $T=20^{\circ}\text{C}$  ( $0,16T_{пл}$ ) и  $T=450^{\circ}\text{C}$  ( $0,4T_{пл}$ ) на пять полных оборотов.

Исходная структура стали 06МБФ состояла из глобулярного феррита с размером зерна 2,4 мкм и пластинчатого феррита с толщиной пластин ~ 0,4 мкм. КГД приводит к формированию ультрамелкозернистой

структуры в стали со средним размером зеренно-субзеренной структуры ~ 95 нм при  $T_{\text{КГД}}=20^\circ\text{C}$  и 120 нм при  $T_{\text{КГД}}=450^\circ\text{C}$ . На светлопольных электронно-микроскопических изображениях наблюдается большое количество конкурвов экстинкции, границы элементов структуры размытые. Значительные азимутальные размытия рефлексов на электронограммах свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в зернах и субзернах после КГД.

Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что КГД вызывает уменьшение интенсивности и увеличение ширины рентгеновских линий. Наблюдается увеличение значений микродеформации кристаллической решетки, уменьшение областей когерентного рассеяния и увеличение плотности дислокаций в сравнении с исходным состоянием (Таблица).

Исследование механических свойств стали 06МБФ показало, что КГД приводит к повышению средних значений микротвердости в 3 раза в сравнении с исходным состоянием (Таблица), это обусловлено измельчением структуры и наличием легирующих элементов в стали. Температура кручения в исследуемом интервале ( $T_{\text{КГД}}=20^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{КГД}}=450^\circ\text{C}$ ) слабо влияет на прочностные характеристики стали. Микротвердость в центральной части образца существенно ниже, чем на периферии. С удалением от центра микротвердость резко повышается, что свидетельствует о формировании неоднородной структуры стали 06МБФ при КГД.

Таблица Влияние КГД на значения ОКР ( $D_{hkl}$ ), микродеформации кристаллических решеток  $\langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2} = \Delta d/d$ , плотность дислокаций ( $\rho$ ), микротвердость стали 06МБФ (Нц)

состояние	$D_{hkl}$ (нм)	$\langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2} = \Delta d/d$	$\rho$ , см <sup>-2</sup>	$H\mu$ , ГПа
исходное	>200	$2 \times 10^{-4}$	$1,2 \times 10^9$	2,0
КГД ( $T_{\text{КГД}}=20^\circ\text{C}$ )	40	$3,4 \times 10^{-3}$	$1,0 \times 10^{10}$	6,0
КГД ( $T_{\text{КГД}}=450^\circ\text{C}$ )	50	$3,8 \times 10^{-3}$	$0,9 \times 10^{10}$	5,7

*Работа выполнена в рамках стипендии Президента РФ (СП-4682.2013.1).*

## ЗАКОНОМЕРНОСТИ СОБИРАТЕЛЬНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ТИТАНА

Манохин С.С.<sup>1</sup>, Иванов М.Б.<sup>1,2</sup>, Колобов Ю.Р.<sup>1</sup>,

Морозова А.И.<sup>1</sup>, Ткачев Е.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Белгородский государственный университет, Научно-образовательный и инновационный центр «Наноструктурные материалы и нанотехнологии», Белгород

<sup>2</sup>ООО «Металл-деформ», Белгород  
manohin@bsu.edu.ru

Общеизвестно, что наноструктурированный (НС) технически чистый титан марок ВТ1-0 и Grade 4 обладает как хорошими пластическими и прочностными характеристиками, так и хорошей биосовместимостью, поэтому находит применение в качестве медицинских имплантатов. Но существенным недостатком является невысокая способность НС титана сохранять свою структуру при комнатных и повышенных температурах. Изучение термостабильности НС титана позволит прогнозировать поведение структуры при температурах человеческого тела (310 К) в течение десятилетий.

Для определения энергии активации рекристаллизации использовалось известное соотношение Аррениуса:  
$$D^n - D_0^n = A_n t \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$
,  $D_0$ - исходный размер зерна,  $D$ - конечный,  $Q$ - энергия активации рекристаллизации,  $R$ ,  $A$  - постоянные,  $T$  - абсолютная температура.

Исследование кинетики рекристаллизации в НС состоянии проводилось с использованием титана марки ВТ1-0 и Grade 4. Наноструктурированное состояние в материалах получено воздействием интенсивной пластической деформации (поперечно-винтовая прокатка). После деформации материалы подверглись отжигу для снятия внутренних напряжений. Исследуемые образцы отжигали при температурах 580-803 К от 15 минут до 700 часов. Структуру металла исследовали методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии на просвечивающем электронном микроскопе Теснаі G2 F20 и растровом электронном микроскопе Quanta 600 FEG. Для исследования процессов собирательной рекристаллизации рассчитывали средний размер зерна по методу секущей.

Температурная зависимость скорости роста зерен в НС титане марки Grade 4 и ВТ1-0 в приближении величины степенного показателя:  $n=3$  представлена на рисунке 1.

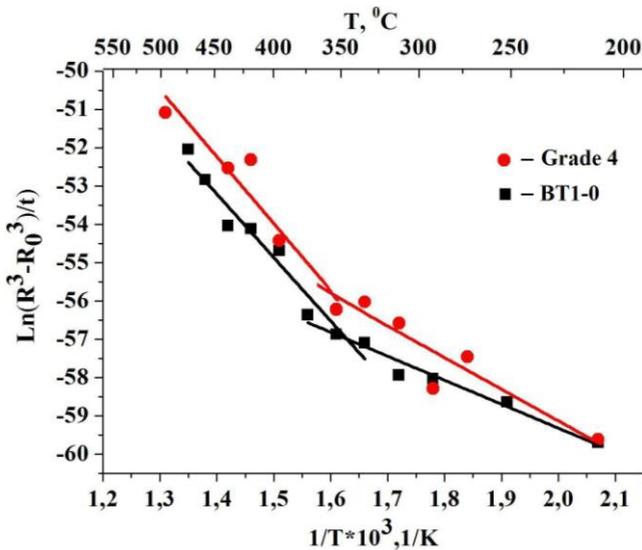


Рис. 1. Температурная зависимость скорости роста зерен в НС титане Grade4 и VT1-0 при  $n=3$ .

Установлено, что температурная зависимость скорости роста зерен наноструктурированного технически чистого титана марок VT1-0 и Grade 4 при температурах ниже 623 К (порядка 0,3Тпл) подчиняется степенному закону  $D^n - D_0^n = A_n t \exp(-\frac{Q}{RT})$  с показателем  $n=3$  и энергией активации процесса  $51 \pm 4$  кДж/моль и  $62 \pm 11$  кДж/моль соответственно. При температуре отжига выше 623 К энергия активации рекристаллизации имеет величину порядка 150 кДж/моль. При температуре выше 720 К развивается вторичная рекристаллизация титана.

*Работа выполнена при финансовой поддержке государственного задания вузам №2.3315.2011, а также РФФИ №13-02-01107.*

## ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ТОНКИХ МЕДНЫХ ОБРАЗЦОВ В РЕЖИМЕ ОДНООСНОЙ НАГРУЗКИ И МИКРОФОРМОВКИ

Молотников А.<sup>1,2</sup>, Лаповок Р.<sup>1</sup>, Эстрин Ю.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Университет им. Монаша, Центр гибридных материалов, Департамент  
материаловедения, Мельбурн, Австралия

<sup>2</sup>НИТУ «МИСис», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов,  
Москва

*andrey.molotnikov@monash.edu*

Экспериментальные исследования микроформовки показали, что миниатюризация образца или заготовки может привести к *уменьшению прочности* материала. Этот эффект наблюдается, например, когда микроструктурные особенности, такие как размер зерна, не меняются, в то время как размеры образца или заготовки уменьшаются, что приводит к изменению отношения этих двух характерных длин. Будучи масштабно-инвариантными, традиционные теории пластичности не в состоянии предсказать снижение напряжения течения с уменьшением размеров образца. Для учета размерного эффекта необходимы новые типы моделей. В настоящей работе предложена модель, способная учитывать размерные эффекты, и на ее основе с помощью численного моделирования исследовано деформационное поведение тонких образцов меди при одноосных испытаниях на растяжение и двухосном растяжении круглых дисков различного диаметра и толщины.

В аналитической модели, составляющей микроструктурную основу этой работы, используется подход, при котором материал рассматривается как "двухфазный": одна из "фаз" - стенки дислокационных ячеек с высокой плотностью дислокаций, другая - сами ячейки с относительно низкой плотностью дислокаций [1]. Эта модель была модифицирована с целью учета размерного эффекта. При этом были учтены особенности деформационного поведения зерен, прилегающих к поверхности образца [2, 3]. Предсказательные возможности модели были подтверждены путем сравнения экспериментальных данных с результатами моделирования поведения меди как в режиме одноосной нагрузки, так и при микроформовке глубокой вытяжкой заготовок различной толщины. Было продемонстрировано, что размерный эффект однозначно определяется отношением толщины заготовки к размеру зерна материала. Результаты работы показывают, что для производства миниатюрных деталей наиболее предпочтительным является использование ультрамелкозернистых материалов.

- [1] Tôth LS, Molinari A, Estrin Y. Strain hardening at large strains as predicted by dislocation based polycrystal plasticity model. Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME 2002;124:71.
- [2] Molotnikov A, Lapovok R, Gu CF, Davies CHJ, Estrin Y. Size effects in micro cup drawing. Mater. Sci. Eng., A 2012;550:312.
- [3] Molotnikov A, Lapovok R, Davies CHJ, Cao W, Estrin Y. Size effect on the tensile strength of fine-grained copper. Scripta Mater. 2008;59:1182.

**ОСОБЕННОСТИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВА Fe-Ni-  
В ПРИ ПЕРЕХОДЕ ИЗ АМОРФНОГО В  
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ**

Глезер А.М., Пермякова И.Е., Шурыгина Н.А.

*ЦНИИчермет им. И.П. Бардина, Институт металловедения и физики  
металлов, Москва  
inga\_perm@mail.ru*

В настоящее время большой интерес у исследователей вызывает изменение механических свойств сплавов при переходе из аморфного в равновесное кристаллическое состояние. В данной ситуации демонстрируется новый уровень механических характеристик аморфно-кристаллического состояния при совершенно разных видах воздействий (облучения, термообработки, механических испытаний и т.д.). Кроме того, установление связи между структурными превращениями, реализующимися в процессе обработке аморфных сплавов (АС), и эволюцией свойств позволяет на новой основе прогнозировать их поведение, создавать предпосылки для эффективного применения.

В качестве объекта исследования использовали АС Fe<sub>58</sub>Ni<sub>25</sub>B<sub>17</sub>. Изотермически отожженные в вакууме в течение 1 ч образцы подвергали индентированию на микротвердомере ПМТ-3 для оценки микротвердости и трещиностойкости. Изучение структуры производили с помощью просвечивающей электронной микроскопии на тонких фольгах.

Эффект низкотемпературного упрочнения вблизи 180<sup>0</sup> С связан с сегрегацией атомов-металлоида на специфических дефектах аморфной матрицы (областях свободного объема), вносящих вклад в процессы гетерогенной пластической деформации. Сегрегирование снижает подвижность последних, тем самым повышает микротвердость и прочность материала. При структурной релаксации одновременно

происходит миграция областей свободного объема, приводя к его аннигиляции на поверхности образцов АС. Сдвиг распределения по размерам дефектов происходит в сторону больших величин. Это обстоятельство приводит к снижению прочности и формированию ниспадающей части максимума на кривой зависимости  $Hv(T_{an})$ .

Эффект высокотемпературного упрочнения в области  $350^0$  С связан с образованием предвыделений кристаллических фаз – возникновением областей повышенного топологического ближнего порядка. При температуре  $370^0$  С обнаружены первые наночастицы  $\alpha$ -фазы (5-30) нм, имеющие четкую огранку по плоскостям  $\{100\}$  в аморфной матрице.

Пластифицирующий эффект, дальнейшее резкое снижение микротвердости по мере увеличения температуры высокотемпературного отжига обусловлено, по-видимому, реализацией размерного эффекта – оптимального распределения нанокристаллов характерного размера на основе Fe в аморфной матрице в преддверии их объемной кристаллизации. Для сплава  $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$  особый размер  $\alpha$ -частиц, при котором зафиксирован максимум параметра трещиностойкости  $K_{Ic}$ , соответствует 110-120 нм при объемной плотности  $1,3 \text{ мкм}^{-3}$  кристаллической фазы. Распространение трещин затрудняется, поскольку их развитие при «встрече» с каждой частицей имеет свою определенную ориентированность. Кроме того, вероятно, вступают в роль особые прочностные свойства наночастиц на данном этапе.

Третий пик твердости связан с появлением в структуре боридов ( $Fe, Ni$ )<sub>3</sub>B и завершением полной объемной кристаллизации исследуемого сплава.

Таким образом, сосуществование аморфной и кристаллической фаз обеспечивает некоторый рост пластичности – пластифицирующий эффект. Не стоит исключать роль межфазных границ этих фаз в проявление эффекта, которые при определенных условиях могут стать источниками свободного объема, необходимого для протекания процессов пластической деформации.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант мол\_а № 12-02-31600)*

**СТРУКТУРНЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА  
НАНОРАЗМЕРНОЙ СИСТЕМЫ FeCo**

Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Пугачев В.М.<sup>1</sup>, Попова А.Н.<sup>1,2,3</sup>,  
Ростовцев Г.А.<sup>1</sup>, Богомяков А.С.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Кемеровский государственный университет, Кемерово

<sup>2</sup>Институт углехимии и химического материаловедения СО РАН, Кемерово

<sup>3</sup>Кемеровский научный центр СО РАН, Кемерово

<sup>4</sup>Международный томографический центр СО РАН, Новосибирск  
zaharov@kemsu.ru

Влияние режимов получения химическими методами наноразмерных бicomпонентных систем (НБС) переходных металлов на их фазовые составы, морфологию частиц и свойства (в том числе магнитные) практически не изучено, несмотря на перспективность использования этих биметаллов в различных областях техники.

Целью настоящей работы являлось изучение влияния вида восстановителя (гидразин-гидрат (ГГ) и тетрагидроборат натрия (ТГБ)) на структурные и магнитные характеристики НБС железо-кобальт, получаемой восстановлением смесей водных растворов солей.

Сочетанием методов электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии, измерениями плотности, пористости и величины удельной поверхности порошков (по БЭТ) показано, что для НБС, полученной восстановлением ГГ (НБС-1), характерна трехуровневая организация частиц: кристаллиты (5-20 нм) – составленные из них компактные агрегаты (около 40 нм) – пористые агломераты (более 100 нм).

Частицы НБС, восстановленные ТГБ (НБС-2), наноразмерные (единицы нм) и согласно данным дериватомасс-спектрометрии и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией содержат в качестве примесей бор и борокислые соединения. Однако, в результате достаточно сложных (обсуждаемых в работе) превращений при нагревании свыше 200 °С образуются металлические фазы НБС (частицы размерами десятки нм), содержащие включения окислов.

Установленный рентгенодифракционным методом фазовый портрет НБС-1 соответствует области  $T_{эфф}$ , характеризующей энергонасыщенность системы (см. рис.).

В фазовых зонах ОЦК и ГЦК как фазовые составы, так и параметры решеток НБС-2 аналогичны (последние – с тенденцией к небольшому занижению) установленным для НБС-1, и это позволяет считать, что бор не образует с НБС твердые растворы (внедрения).

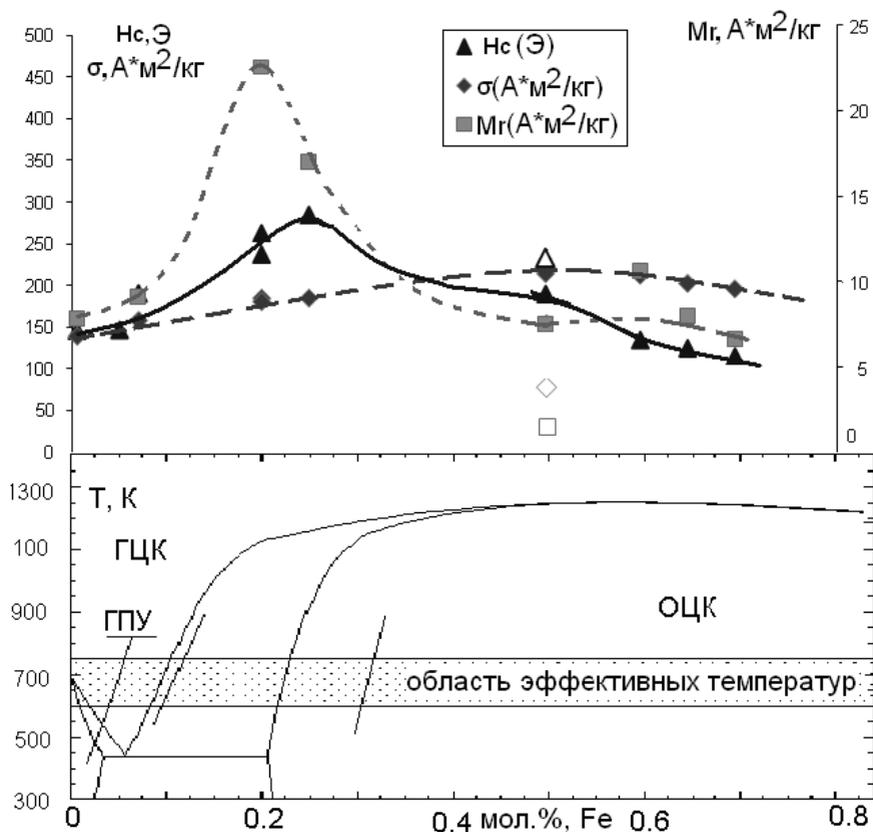


Рис. Фазовый портрет наноразмерной системы FeCo в области  $T_{эфф}$  и значения намагниченности насыщения, коэрцитивной силы и остаточной намагниченности ( $\sigma$ ,  $H_c$ ,  $M_r$ ) при 5K (НБС-1 – закрасненные маркеры, НБС-2 – незакрасненные маркеры)

Ввиду различия размеров, морфологии частиц и межфазовой организации НБС-1 и НБС-2 наблюдаются заметные отличия магнитных характеристик этих систем (см. рис.) – снижение у НБС-2 значений намагниченности насыщения и остаточной намагниченности.

**КИНЕТИКА ЗАТУХАНИЯ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ  
НАНОСТРУКТУРНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ  
ПРИ ВУФ ВОЗБУЖДЕНИИ**

Спиридонова Т.В., Кортгов В.С., Звонарев С.В.

*Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.  
Ельцина, Екатеринбург  
forSpiridonova@gmail.com*

Широкое применение диоксида кремния в различных областях техники обусловлено его уникальными электрическими, оптическими и эмиссионными свойствами. Кроме того,  $\text{SiO}_2$  совместим с высокоразвитой кремниевой технологией [1].

Известно, что в наноструктурных материалах значительно изменяются физические свойства, что существенно влияет на процессы переноса возбуждений и люминесценцию [2]. Целью данной работы является изучение закономерностей рекомбинационной фотолюминесценции (ФЛ) в наноструктурном диоксиде кремния, моделирование процессов переноса и туннельной рекомбинации носителей заряда при воздействии пучка ВУФ фотонов на исследуемый образец.

При облучении  $\text{SiO}_2$  светом с энергией квантов, достаточной для создания электронно-дырочных пар и ионизации центров свечения, экспериментально регистрируются медленные рекомбинационные процессы, при этом время затухания ФЛ достигает 100 с [3]. Указанные процессы могут быть описаны в рамках предложенной физической модели, в которой рассматривается образование пар электрон – ионизованный центр под действием фотонов ВУФ диапазона с последующим транспортом электронов в условиях их взаимодействия с фононами и рассеяния на дефектах. В наноструктурных образцах учитывается рассеяние электронов на границах наночастиц при варьировании величины потенциального барьера, а также изменение фононного спектра и ширины запрещенной зоны. Часть электронов термализуется, захватывается ловушками и выбывает из рассмотрения. Другая часть отвечает за возникновение туннельной рекомбинации, возникающей при сближении диффундирующего электрона с ионизованным центром до расстояния, при котором происходит перекрытие их волновых функций. Процессы излучательной рекомбинации, эффективно протекающие при низких температурах, ответственны за экспериментально наблюдаемую фотолюминесценцию.

На базе описанной физической модели были разработаны алгоритм и программа расчетов параметров ФЛ в объемных

монокристаллических и наноразмерных диэлектриках. Компьютерное моделирование проводилось при стационарном возбуждении фотонами с энергией 10 эВ и температурой 7,6 К. Была рассчитана кинетика затухания ФЛ в монокристалле и наноразмерном SiO<sub>2</sub> при изменении размера наночастиц. Моделирование кинетики затухания ФЛ монокристаллического SiO<sub>2</sub> показало, что при облучении фотонами с энергией 10 эВ время затухания рекомбинационной люминесценции составляет десятки секунд. Близкие значения расчетных и литературных данных, характеризующих кинетику затухания ФЛ в SiO<sub>2</sub>, свидетельствует об адекватности физической модели. При уменьшении размера частиц время затухания рекомбинационной люминесценции в наноструктурном SiO<sub>2</sub> при стационарном возбуждении пучком фотонов сокращается на порядок по сравнению с аналогичной величиной в монокристаллическом образце. При этом при уменьшении размеров частиц до 50 нм время послесвечения возрастает, но при дальнейшем снижении размера частиц до 20 нм - уменьшаются. Возрастание времени релаксации обусловлено ослаблением электрон-фононного взаимодействия. Затем, благодаря увеличению рассеяния электронов на поверхности наночастиц, с уменьшением их размеров увеличивается скорость электронной релаксации и уменьшается время затухания ФЛ.

*Литература:*

1. E.Schreiber, H.-J.Fitting // J. Electron Spectr. Rel. Phen., 124 (2002) 25.
2. Суздаев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. М.: КомКнига, 2006. 592 с.
3. M. Cannas [et.al.] // J. Phys.: Condens.Matter, 16 (2004) 7931.
4. A.B. Doktorov, E.A. Kotomin // Phys. Stat. Sol. (B), 114 (1982) 9.

## ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ Fe-Mn-(Al)-C

Тукеева М.С.<sup>1</sup>, Мельников Е.В.<sup>1</sup>, Майер Г.Г.<sup>1</sup>, Кретов Ю.Л.<sup>2</sup>,  
Кошовкина В.С.<sup>2</sup>, Астафурова Е.Г.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск

tms@ispms.tsc.ru

Методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), дифракции обратнорассеянных электронов, оптической металлографии, рентгеноструктурного анализа, микроиндентирования в работе изучено влияние тепловой интенсивной пластической деформации на структуру, фазовый состав и механические свойства (микротвердость) монокристаллов высокомарганцевых аустенитных сталей Fe-13Mn-1,3C, Fe-13Mn-2,7Al-1,3C и Fe-28Mn-2,7Al-1,3C (мас. %) с разной энергией дефекта упаковки ( $\gamma_{ДУ}$ ). Интенсивную пластическую деформацию проводили методом кручения под квазигидростатическим давлением (КГД) при давлении 5-6 ГПа при температуре  $T=400^{\circ}\text{C}$  ( $0,4 T_{пл}$ ) на  $N = 1, 3, 5$  оборотов.

Теплое КГД приводит к формированию ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в исследуемых сталях. В стали Fe-13Mn-1,3C с низкой  $\gamma_{ДУ} = 0,03 \text{ Дж/м}^2$  основными механизмами деформации при КГД выступают деформационное двойникование и образование полос локализованной деформации (ПЛД). Средний размер структурных элементов, определенных по темнопольным ПЭМ-изображениям после КГД при  $N=5$ , составляет 15 нм внутри и 130 нм вне полос сдвига. При теплом КГД вклад границ специального типа (двойниковых) в деформацию составляет  $\sim 20\%$ . Двойники широкие, пакеты двойников искривлены и существенным образом размыты. Развитие двойникования в данном случае происходит в структуре, искаженной предшествующим скольжением, так как критические напряжения двойникования растут при повышении температуры деформации. Показано, что теплом КГД на 5 оборотов способствует процессам диффузии в стали Fe-13Mn-1,3C и приводит к выделению ультрамелкодисперсных карбидов  $\text{Me}_3\text{C}$  размером  $\sim 5$  нм.

Дополнительным фактором, уменьшающим вероятность развития двойникования, выступает повышение  $\gamma_{ДУ}$ . Тем не менее, в сталях Fe-13Mn-2,7Al-1,3C ( $\gamma_{ДУ} = 0,045 \text{ Дж/м}^2$ ) и Fe-28Mn-2,7Al-1,3C ( $\gamma_{ДУ} = 0,06 \text{ Дж/м}^2$ ), наряду с ПЛД, также наблюдаются

деформационные двойники. Размер структурных элементов в стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C составляет  $d=20$  нм при  $N=5$ , толщина двойниковых ламелей - менее 30 нм. Толщина специальных границ в случае стали Fe-28Mn-2,7Al-1,3C  $\sim 200$  нм. Отметим, что наблюдаемые двойниковые границы образуются уже в деформированной и частично релаксированной структуре (непосредственно при кручении). В сталях с повышенной  $\gamma_{ДУ}$  карбиды в структуре не обнаружены.

Об образовании неравновесной УМЗ поликристаллической структуры в исследуемых сталях после теплового КГД свидетельствует анализ рентгенограмм: пики на рентгенограммах значительно уширены, значения областей когерентного рассеяния (ОКР) составляют 15-30 нм. На дифрактограммах и микродифракционных картинах для стали Fe-28Mn-2,7Al-1,3C после КГД наблюдаются отражения только от аустенита, в то время как в сталях Fe-13Mn-2,7Al-1,3C и Fe-13Mn-1,3C на рентгенограммах после КГД на  $N=5$  наблюдаются также пики, соответствующие  $\alpha$ -фазе.

Теплое КГД приводит к значительному росту микротвердости исследуемых сталей: от 2,5 ГПа в исходном состоянии до 8,2 ГПа в стали Fe-13Mn-1,3C и до 7,5 ГПа в сталях Fe-13Mn-2,7Al-1,3C, Fe-28Mn-2,7Al-1,3C после КГД на 5 полных оборотов.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (ГК № №14.132.21.1705 от 01.10.2012 г.).*

### **СТРУКТУРА, ТЕКСТУРА И СВОЙСТВА МЕДНЫХ СПЛАВОВ, ЛЕГИРОВАННЫХ ХРОМОМ И ГАФНИЕМ, ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ**

Шаньгина Д.В.<sup>1,2</sup>, Максименкова Ю.М.<sup>1</sup>, Бочвар Н.Р.<sup>1</sup>, Рааб Г.И.<sup>3</sup>,  
Табачкова Н.Ю.<sup>4</sup>, Виноградов А.Ю.<sup>2,5</sup>, Скродцки В.<sup>6</sup>, Добаткин С.В.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва

<sup>2</sup> НИТУ «МИСиС», Лаборатория гибридных наноструктурных материалов,  
Москва

<sup>3</sup> Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа

<sup>4</sup> НИТУ «МИСиС», Москва

<sup>5</sup> Тольяттинский государственный университет, Тольятти

<sup>6</sup> Технический университет, Дрезден, Германия

shanginadaria@mail.ru

Низколегированные хромовые и хром-циркониевые бронзы применяются в электротехнической промышленности в качестве электродов контактной сварки. В настоящей работе хромовую бронзу

легировали Hf, который имеет большую растворимость в меди, чем Zr. Ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру получали методом равноканального углового прессования (РКУП).

Для исследования были выбраны сплавы Cu-0,7%Cr и Cu-0,7%Cr-0,9%Hf, которые перед деформацией закачивали с температуры 1000 и 900 °С, соответственно. РКУП проводили по маршруту Вс при комнатной температуре, угле пересечения каналов 90° и N=6 проходах. Для сплава Cu-0,7%Cr-0,9%Hf осуществляли также 8 и 10 проходов РКУП.

EBSD анализ сплава Cu-0,7%Cr показал, что в процессе РКУП формируется преимущественно субзеренная структура со средним размером структурных элементов 320 нм и долей высокоугловых границ 40%. В сплаве Cu-0,7%Cr-0,9%Hf доля высокоугловых границ составила 53%, а средний размер структурных элементов при этом уменьшился до 225 нм. Основные ориентировки в исследуемых сплавах соответствуют кристаллографическим текстурам, формирующимся в материалах при деформации простым сдвигом типа (111) <112>. Однако, как следует из анализа ФРО, более выраженная текстура формируется в сплаве Cu-0,7%Cr, в то время как в сплаве Cu-0,7%Cr-0,9%Hf наблюдается значительное рассеяние основных ориентировок.

После РКУП микротвердость как двойного, так и тройного сплавов увеличилась по сравнению с исходным состоянием: в сплаве Cu-0,7%Cr на 0,36 ГПа, а в Cu-0,7%Cr-0,9%Hf на 0,54 ГПа. При последующем нагреве в обоих сплавах наблюдали процесс старения с максимумом прочности при 450°С. Упрочнение обусловлено выделением дисперсных частиц твердого раствора на основе Cr, а также частиц Cu<sub>3</sub>Hf в случае сплава Cu-0,7%Cr-0,9% Hf.

Более интенсивно процесс распада твердого раствора проявился в сплаве Cu-0,7%Cr-0,9%Hf, в котором микротвердость начала увеличиваться при температуре 300°С, а при температуре 450°С микротвердость достигла значения 2,3 ГПа, причем увеличение количества проходов не оказало значительного влияния на микротвердость и удельное электросопротивление сплава после РКУП, а также на изменение этих свойств в процессе последующего нагрева. При нагреве в обоих исследуемых сплавах наблюдали снижение удельного электросопротивления до значений ниже, чем в исходном состоянии.

После РКУП предел прочности и предел текучести сплава Cu-0,7%Cr-0,9%Hf значительно увеличился. Последующий нагрев на

$T=450^{\circ}\text{C}$  привел к дополнительному упрочнению сплава до  $\sigma_{\text{B}}=650$  МПа при относительном удлинении  $\delta=14\%$ .

Таким образом, показано, что оптимальной обработкой для сплавов Cu-0,7 %Cr и Cu-0,7%Cr-0,9%Hf является закалка, интенсивная пластическая деформация и последующее старение при температуре  $450^{\circ}\text{C}$ . Прочность при этом выше, чем в исходных образцах в 1,5-2 раза за счет формирования частично субмикроструктурной структуры и процессов старения, а электропроводность соответствует исходному состоянию.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 13-08-00102), программы ERA.Net RUS (проект № STP-219) и Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001 от 24.06.2013).*

---

***СЕКЦИЯ 4***

***Нанокomпозиты***

---

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

### **МЕХАНОСИНТЕЗИРОВАННЫЕ ТРОЙНЫЕ СИСТЕМЫ Cu-Cr(Fe)- ГРАФИТ (КСИЛОЛ) В КАЧЕСТВЕ ПРЕКУРСОРОВ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ОБЪЁМНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ Cu-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> (Fe<sub>3</sub>C)**

Ерёмина М.А.<sup>1</sup>, Ломаева С.Ф.<sup>1</sup>, Елсуков Е.П.<sup>1</sup>, Бодрова Л.Е.<sup>2</sup>,  
Пастухов Э.А.<sup>2</sup>, Гойда Э.Ю.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт УрО РАН, Ижевск

<sup>2</sup>Институт металлургии УрО РАН, Екатеринбург  
*mrere@mail.ru*

Дисперсно-упрочнённая карбидами переходных металлов, в частности, карбидами хрома и железа, медь имеет высокие термическую стабильность, теплопроводность и электропроводность, прочность и твёрдость, низкие потери на истирание. Производство таких композитов традиционными методами литья практически невозможно из-за низкой смачиваемости графита расплавом меди. В основном их получают трудоёмкими методами порошковой металлургии. В настоящее время наиболее эффективно получение композитов Cu-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> (Fe<sub>3</sub>C) компактированием порошков, подвергнутых высокоэнергетическому шаровому размолу исходных компонентов тремя способами: механической активацией порошков меди и карбида переходного металла в инертной атмосфере, механическим сплавлением (МС) порошков меди, переходного металла и графита в инертной атмосфере и МС порошков меди и переходного металла в жидкой органической среде. Первый способ является более трудоёмким, так как требует предварительного синтеза карбида. Недостатком этого способа в данном случае также является то, что при механоактивации порошков карбидов и меди, последняя "размазывается" по поверхности размольных контейнеров и это требует введения дополнительного компонента, препятствующего агломерации и не оказывающего отрицательного влияния на структуру, состав и свойства получаемого композита. Второй способ эффективно применяется при получении композитов с достаточно большим содержанием карбидов, однако для наиболее востребованных композитов с содержанием карбидов 0.5 - 10 об.% этот способ мало применим из-за высокой пластичности меди. Самым перспективным на наш взгляд является третий способ – МС Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> (Fe<sub>3</sub>C) в медной матрице при измельчении порошков меди и хрома (железа) в среде жидкого углеводорода. Измельчение железа в жидкой органической среде – наиболее эффективный метод для получения композитов "Fe-Fe<sub>3</sub>C" с

дисперсной и гомогенной структурой [1]. Исследования особенностей формирования карбидов хрома (железа) в медной матрице при механоактивации с использованием графита весьма немногочисленны, а получение таких композитов в жидких углеводородах до настоящего времени не проводилось.

В работе с помощью методов рентгеновской дифракции, мёсбауэровской спектроскопии, оптической и электронной микроскопии изучены структурное и фазовое состояние, кинетика формирования 30 об.%  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) в нанокристаллической медной матрице при МС и последующей термической обработке порошков и компактов. Шаровой планетарный размол элементарных компонентов проводился с использованием различных прекурсоров углерода (графит, ксилол). Показано, что на начальном этапе измельчения порошки переходят в нанокристаллическое состояние, после чего происходит образование метастабильного пересыщенного твёрдого раствора Cr (Fe) в Cu независимо от типа источника углерода. Использование графита приводит к появлению смеси сильно разупорядоченных карбидов хрома (железа) на более поздней стадии процесса МС ( $t_{\text{MC}} = 24-48$  ч). При измельчении в ксилоле формирование карбидов происходит только после длительной обработки ( $t_{\text{MC}} = 48-96$  ч) и отжига при  $600-800^\circ\text{C}$ , однако это позволяет получить нанокристаллические композиты с меньшим размером зерна медной матрицы. Компакты, полученные методом интенсивной пластической деформации кручения, характеризуются высокой микротвёрдостью 4.6 ГПа. Для сравнения, величина микротвёрдости нанокристаллической меди, полученной равноканальным угловым прессованием (16 проходов), равна 1.12 ГПа.

*Работа поддержана программой фундаментальных исследований УрО РАН, проект № 12-М-23-2043.*

1. Yelsukov E.P., Barinov V.A., Ovetchkin L.V.// J. Mater. Sci. Lett. 1992. V. 11. P. 662-663.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ЕСТЕСТВЕННЫЕ И ИСКУССТВЕННЫЕ КОМПОЗИТЫ –  
НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ ЖАРОПРОЧНЫХ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

Карпов М.И.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

*karpov@issp.ac.ru*

По существующей в настоящее время терминологии к искусственным композитам относят дисперсные, волокнистые и слоистые композиты, технология производства которых основана на совмещении полученных отдельными способами уже готовых структурных составляющих. К естественным композитам, этот термин является относительно новым, относят материалы, структура которых также состоит из двух или более фаз, которые формируются в материале в результате естественных процессов при термическом воздействии. К ним относят дисперсионно твердеющие сплавы, эвтектические сплавы и т.п. В настоящей работе приводятся данные о возможности применения таких композитов для решения одной из важных актуальных задач современного материаловедения - разработки новых, более высокотемпературных жаропрочных сплавов для изготовления турбинных и сопловых лопаток газотурбинных двигателей для авиации и энергетики. Наиболее широко применяемые в настоящее время для этих целей никелевые суперсплавы имеют низкие температуры плавления  $\sim 1400^\circ\text{C}$ . Это ограничивает их собственные максимальные рабочие температуры диапазоном  $1100\text{--}1150^\circ\text{C}$ , а температуры газового потока в турбине областью  $1300\text{--}1400^\circ\text{C}$ . В связи с необходимостью решения этой проблемы основное внимание исследователей в последние годы сосредоточено на разработке новых сплавов на основе эвтектик в системах Nb-Si и Mo-Si [1-4] - in situ-композитов или естественных композитов. Высокие температуры плавления ( $1920^\circ\text{C}$  в системе Nb-Si и  $2020^\circ\text{C}$  в системе Mo-Si) позволяют надеяться на разработку материалов, способных работать при собственной температуре  $1350^\circ\text{C}$ . Меньше внимания уделяется сплавам на основе системы Nb-Al. Одной из причин этого является то, что в отличие от приведенных выше, в этой системе двухфазная область Nb-Nb<sub>3</sub>Al в ниобиевом угле диаграммы формируется по перетектической, а не эвтектической реакции. В настоящем докладе приведены результаты исследований, проводимых в ИФТТ РАН в последние годы, по разработке композитов на основе системы Nb-Si ( естественные композиты, получаемые методом направленной кристаллизации) и композитов на основе системы Nb-Al, получаемых методом порошковой

металлургии (естественные композиты) и путем формирования многослойных структур (искусственные композиты).

[1] S. Drawin, J.F. Justin, Advanced lightweight Silicide and Nitride Dased Materials for Turbo-Engint Applicatons The Onera Journal AerospaceLab, Issue 3 – November 2011 p. 1-13.

[2] И.Л. Светлов Высокотемпературные Nb-Si-композиты, Материаловедение, 2010, № 9, с.29-38

[3] И.Л. Светлов Высокотемпературные Nb-Si-композиты, Материаловедение, 2010, №10, с.18-27

[4] B.P. Bewlay, C.L Briant, V.R. Jackson, P.R. Subramanian, Recent Advances In In-situ Composites, 15-th International Plansee Seminar 2001, Proceedings, v. 1, p.404-419

## УПРУГО-ПЛАСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ДВУХ- И МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ

Антонова М.С.<sup>1</sup>, Босых М.А.<sup>2</sup>, Ермолаева А.А.<sup>1</sup>, Костюченко А.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
*rmileme@mail.ru*

В работе методом наноиндентирования (Nanohardnes Tester, CSM-Instrument) определены упруго-пластические характеристики (твердость (H), контактный модуль упругости ( $E_r$ ), величина упругого прогиба поверхности образца по контуру отпечатка ( $h_s$ ), истинная глубина отпечатка при максимальной нагрузке на индентор ( $h_c$ )) и построены диаграммы зависимости  $H/E_r$  от  $h_s/h_c$  (рис. 1) двух- и трехкомпонентных систем: твердые растворы с неограниченной растворимостью (фольги Pd-In-Ru), ограниченной растворимостью (пленки Ag-Cu, Al-Cu; фольги Fe-P-Si), керамика состава гидроксипатита ( $\Gamma A$ ,  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ) в различном структурном состоянии.

Установлено, что для металлических материалов при увеличении степени кристалличности происходит снижение соотношения  $H/E_r$  (рис. 1а), что согласуется с известными данными для однокомпонентных материалов с дислокационным механизмом пластической деформации [1]. Для керамики состава  $\Gamma A$  зависимость носит иной характер: при повышении степени кристалличности происходит снижение величины  $H/E_r$  (рис. 1б). Такая зависимость отражает недислокационный механизм пластической деформации, природа которой связывается с кластерным представлением структуры  $\Gamma A$  и аморфного фосфата кальция того же

элементного состава и межкластерным проскальзыванием в процессе деформации.

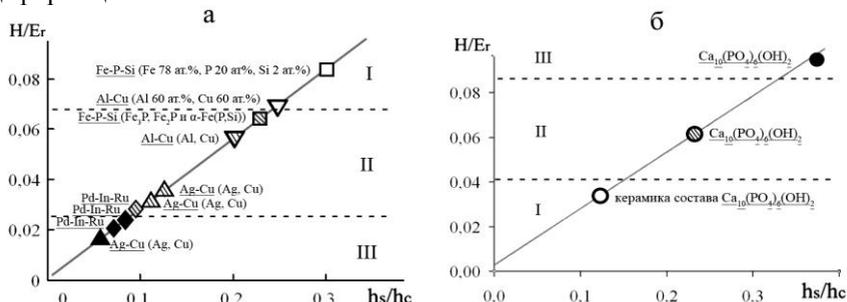


Рис. 1 - Диаграмма зависимости  $H/E_r$  от  $h_s/h_c$  для а – двух- и трехкомпонентных металлических систем; б – керамики состава  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  с аморфной (I), нанокристаллической (II) и субмикроструктурной (III) структурой

Из анализа зависимости  $H/E_r$  от  $h_s/h_c$  дана оценка предельной твердости рассмотренных материалов. Установлено, что для всех материалов ее величина возрастает с повышением степени кристалличности.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы» (№ 2012-1.1-12-000-2009-125) и грантом РФФИ №11-08-01257-а.

#### Литература

1. С.А. Фирстов, В.Ф. Горбань, Э.П. Печковский. Наука та інновації 6, 7 (2010).

### ПОЛУЧЕНИЕ И МОДИФИКАЦИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ЭЛЕКТРОКАТАЛИТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА УГЛЕРОДНЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДОМ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ

Григорьев С.А., Федотов А.А., Фатеев В.Н.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва  
grig@hepti.kiae.ru

Методом ионно-плазменного распыления в установке магнетронного распыления на постоянном токе получены платиновые электрокатализаторы на углеродном носителе для электрохимических

систем с протонообменной мембраной. В качестве носителей были использованы Vulcan XC-72, углеродные нанотрубки и нановолокна. В некоторых случаях исходный носитель подвергался предварительной химической обработке или металлизации. Для повышения эффективности Pt/C катодного катализатора и снижения расхода драгоценного металла исследована возможность модификации его поверхности. Проводилась модификация нанесенного на катодный коллектор тока слоя электрокатализатора путем облучения ионами  $He^+$ , что привело к повышению удельной активности катализатора предположительно вследствие очистки и аморфизации поверхности частиц платины.

Проведен анализ синтезированных образцов электрокатализаторов методами ТГА, СЭМ, ПЭМ, РФА, ЦВА. Электрохимическая активность синтезированных Pt/C и Pt-Pd/C материалов исследовалась в ячейках топливного элемента (ТЭ), электролизера воды (ЭВ) и обратимого топливного элемента (ОТЭ) с твердым полимерным электролитом (ТПЭ). Было установлено, что ряд образцов обладает высокой удельной площадью активной поверхности (до  $44 \text{ м}^2/\text{г}$ ), высокой степенью химической чистоты и электрохимической активностью. Установлены качественные зависимости характеристик катализаторов от параметров процесса нанесения металла и свойств исходного носителя. Результаты сравнительного анализа эффективности работы модифицированного и немодифицированного каталитических слоев на катодном коллекторе тока в составе МЭБ ЭВ с ТПЭ позволяют говорить о перспективности разрабатываемого способа модификации.

## НАНОРАЗМЕРНОЕ СИЛИКАТНОЕ СВЯЗУЮЩЕЕ ДЛЯ КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ

Емельянова О.Н., Кудрявцева Е.П., Большакова А.Н.

*Институт химических реактивов и особо чистых химических веществ,  
Москва*

*labnr@yandex.ru, alexa20486@mail.ru*

Жидкие стекла (растворы щелочных силикатов) широко применяются в различных отраслях промышленности, в том числе предназначены для изготовления терморегулирующих покрытий космических аппаратов класса «солнечные отражатели».

Основной характеристикой ЖС является кремнезёмистый модуль ( $M$ ), представляющий собой молярное отношение  $SiO_2/Me_2O$  ( $Me - Na, K, Li$ ) в растворе. Для большинства областей использования оптимальными являются молярные отношения (модули)  $M = SiO_2/Me_2O$  в интервале 1,5-3,5 и содержание сухих веществ в растворе в пересчете на оксиды 25-30

мас.%. Увеличение  $M$  и снижение содержания примесей в ЖС значительно расширяет область их применения, в частности делают их незаменимыми связующими для тонких пигментных покрытий на подложках из различных материалов. Высокомодульные калиевые и литиевые жидкие стекла с  $M$  до 7.0 особой чистоты используют для создания терморегулирующих покрытий летательных аппаратов.

Во ФГУП ИРЕА в лаборатории неорганических реактивов разработана технология прямого гидротермального синтеза для получения наноразмерных высокомодульных калиевых и литиевых силикатных связующих высокой чистоты синтеза в одну стадию растворением кремнеземистого сырья в соответствующих щелочах в заданном и автоматически поддерживаемом режиме при нагревании и перемешивании до полного растворения кремнеземистого материала. Наличие наноразмерных частиц силикат-анионов в получаемых растворах щелочных силикатов было подтверждено экспериментально с помощью методов спектрофотометрии.

Спектрофотометрический анализ проводили на Specord 250 plus в области длин волн от 190 до 1100 нм. На основании проведенных экспериментов было выявлено, что растворы калиевых жидких стекол имеют характерные пики поглощения в области длин волн от 190 нм до 290 нм, а литиевые силиказолы от 190 нм до 390 нм. Исходя из полученных данных полосы поглощения в области от 190 до 270 нм можно отнести к наличию наноразмерных силикат-анионов (с размером частиц от 2 до 10 нм), а область поглощения до 390 предположительно свидетельствует о наличии либо частиц размером до 50 нм, либо о наличии агломератов силикатных анионов. Оценку распределения по размерам щелочных силикатов проводили на анализаторе частиц Malvern Zetasizer S. Для силикатных связующих наблюдается узкая область распределения частиц, которая лежит в области от 2 до 10 нм и соответствует максимальному вкладу частиц силикат-анионов размером 4,65 нм, при этом существенных различий в размерах частиц в интервале модулей 3,3-4,6 не фиксируется. Литиевые силиказолы отличаются заметно большими размерами частиц в интервале от 10 до 100 нм, в котором максимальный вклад имеют частицы размером 42 нм. Из эксплуатационных свойств покрытий однозначно следует, что более крупные силикат-анионы при полимеризации более эффективно структурируют покрытия в процессе отверждения. Есть основание предполагать, что эти уникальные свойства литиевых жидких стекол связаны с наличием более крупных силикат-анионов.

**СВОЙСТВА УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ  
МАТЕРИАЛОВ УПРОЧНЕННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫМИ  
УГЛЕРОДНЫМИ ВОЛОКНАМИ**

Костиков В.И.<sup>1</sup>, Еремеева Ж.В.<sup>1</sup>, Слюта Д.А.<sup>2</sup>, Шарипзянова Г.Х.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>НИТУ «МИСЦ», Москва

<sup>2</sup>Московский государственный машиностроительный университет, Москва  
eremeeva-shanna@yandex.ru

Углерод – углеродные композиционные материалы (УУКМ), состоящие из углеродного волокна и углеродной матрицы, нашли широкое применение в высокотемпературной технике. В качестве наполнителя используют различные типы низко- и высокомодульных углеродных волокон. В качестве матрицы обычно применяют карбонизованные термореактивные (фенольные, фурановые, полиамидные и т.д.) и термопластичные (нефтяные и каменноугольные пеки) смолы, а также пиролитический углерод.

Результаты последних исследований показали, что для получения наиболее прочных и надежных при эксплуатации УУКМ в качестве армирующего наполнителя необходимо использовать высокомодульные углеродные волокна или же наноразмерные углеродные волокна. При этом оптимальной схемой формирования волокнистого наполнителя является получение его в виде мата из дискретных волокон с ориентацией плоскости перпендикулярной оси прессования.

Эта схема армирования позволяет получить прочность на сдвиг в трансверсальном направлении существенно выше, чем для других композиций на основе углеродных волокон. Кроме того, при ее использовании существует возможность создания высоконаполненных структур, что, как правило, трудно осуществить при изготовлении УУКМ методом объемного плетения. Были проведены исследования основных характеристик УУКМ, упрочненных наноразмерными волокнами.

В настоящей работе в качестве наполнителя использовали высокомодульное углеродное волокно марки ВПР-19С (ТУ 48-20-23-83) и наноразмерные углеродные волокна марки «Таунит» а связующее – среднетемпературный каменноугольный пек..

Высокомодульное углеродное волокно разделяли на филаменты, смешивании его с наноразмерным волокном, а потом с порошкообразным пеком и набор пресс-пакетов производили различными способами. Диаметр волокна варьировался от 5 до 35 мкм. По первому способу углеродные волокна и пек перемешиваются в гидросмесителе. Под действием турбулентных потоков воды волокна измельчаются, разделяются на филаменты и смешиваются с пеком. Диспергированная масса обезвоживается в нутч-фильтрах, высушивается до постоянного

веса. Полученные пресс-пакеты прессуют, термообработывают при 900-1200°С, несколько раз пропитывают пеком, карбонизируют и графитизируют до получения плотности 1,8-1,85 г/см<sup>3</sup>. При этом способе углеродное волокно измельчается до длины 0,5-2 мм, что позволяет достичь прочность материала при изгибе не выше 60-100 МПа. С целью повышения прочностных характеристик был опробован другой способ, для реализации которого была изготовлена специальная установка. Принцип работы установки заключается в следующем: волокно, нарезанное на определенную длину, подается в камеру, где оно разделяется на филаменты, затем по трубопроводу оно направляется в смесительную камеру, где осуществляется его смешение с порошкообразным пеком. Углерод – углеродные композиционные материалы были испытаны в режиме, соответствующем режиму работы торцевых уплотнений, разделяющих воздушную и жидкую полости. Испытания проводили при скорости скольжения 3 м/с и давлении в паре трения 10 кг/см<sup>2</sup> (1 ПМа).

## **ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ КОМПОЗИТОВ МЕТОДОМ ОДНООСНОГО МАГНИТНО-ИМПУЛЬСНОГО ПРЕССОВАНИЯ**

Заяц С.В., Иванов В.В.

*Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург  
seriyoga@iep.uran.ru, ivanov@iep.uran.ru*

Для создания объемных материалов с наноструктурой существует широкий спектр технологий. Успешно применяются как методы с созданием наноструктурного состояния за счет циклической пластической деформации объемных образцов, так и непосредственным получением материалов из нанопорошков различными методами порошковой технологии. Метод магнитно-импульсного (МИ) прессования относится к динамическим способам компактирования. Кратковременное приложение высокого давления к порошку с возможностью его одновременного нагрева и дегазации (вакуумирования) позволяет не только достигать высоких значений плотности компактов, но и сохранять масштаб структуры. Данный метод особенно эффективен для создания изделий из металлических сплавов и металломатричных композитов, т.к. позволяет получать компакты с плотностью близкой к теоретической, при этом не требуется дополнительное спекание или температурная обработка для фиксации структуры.

Широкое применение в промышленности твердых сплавов и сталей, упрочненных частицами карбида, предполагает получать данные

материалы с размером упрочняющей фазы в пределах наномасштаба. Это позволит получить композит с высокими механическими свойствами и химической стабильностью. Совместно с Физико-техническим институтом УрО РАН (г. Ижевск) ведутся работы по МИ компактированию порошков, полученных механосинтезом железа и титана в различных средах. Горячее (500°C) МИ прессование импульсом давления 1,5 ГПа позволяет получать нанокомпозиты Fe-TiC-Fe<sub>3</sub>C с высокими значениями микротвердости – до 12 ГПа.

Получение газоплотных нанокристаллических мембран из механоактивированных порошков железа является одной из задач по получению объемных образцов, где необходимо сохранить исходный размер частиц и получить максимально плотные изделия. В качестве исходного материала служили порошки железа, прошедшие механообработку в вибромельницах в Институте физики металлов, (г. Екатеринбург). МИ компактирование проводилось при температуре порядка 430°C в вакууме импульсными давлениями 1,25, 1,5 и 1,9 ГПа. С повышением прессующего усилия происходило не только увеличение плотности образцов с 85% до 96%, но в структуре наблюдалось более развитое пластическое течение, которое приводит к исчезновению трещин, а оставшиеся поры становятся закрытыми. Средние размеры зерен остались в пределах 30 нм. При необходимости получения более плотного изделия можно повысить давление прессования на 200-300 МПа, но оно уже будет на уровне предела текучести материала пресс-инструмента.

Для создания металломатричного композита на основе алюминия, упрочненного собственным оксидом, достаточно эффективно использование окисленных наночастиц (получены методом электрического взрыва проволоки в Институте электрофизики) с МИ прессованием. В результате получен плотный (~98%) композит Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с микротвердостью до 3 ГПа. Проводя механосинтез исходного порошка в жидком гексане, разрушаясь, аморфная пленка формирует частицы оксида алюминия размерами порядка 50 нм в металлической матрице. Композит, полученный из такого порошка, при сравнимой плотности обладает меньшей твердостью, но большей пластичностью. При совместном прессовании исходного пассивированного порошка и суспензии механосинтезированного в гексане, последовательно загруженных в пресс-форму, получен монолитный наноструктурный градиентный материал.

*Работа выполнена при финансовой поддержке УрО РАН, проект № 12-У-2-1029.*

**СИНТЕЗ, МАГНИТНЫЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ СВОЙСТВА  
НАНОКОМПОЗИТОВ С ЗАДАННЫМ СООТНОШЕНИЕМ ФАЗ  
ГЕМАТИТ-МАГНЕТИТ, ЭФФЕКТЫ ПОВЕРХНОСТИ**

Любутин И.С.<sup>1</sup>, Старчиков С.С.<sup>1</sup>, Дубинская Ю.Л.<sup>1</sup>, Lin C.R.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт кристаллографии РАН, Москва*

<sup>2</sup>*Department of Applied Physics, National Pintung University of Education,  
Pingtung County, Taiwan  
lyubutinig@mail.ru*

Синтезированы и изучены магнитные нанокomпозиты оксидов железа размером около 40 нм, состоящие из заданного соотношения фаз гематита  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и магнетита  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Синтез проведен путем восстановления гематита в органических растворителях с высокой температурой кипения [1]. Метод позволяет получить заданное содержание фаз  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , а также фазу чистого магнетита путем варьирования времени и температуры реакции.

С помощью мессбауэровской спектроскопии оценено количественное содержание фаз гематита и магнетита на каждом этапе термохимической обработки материала. Изучены фазовые состояния, эффекты поверхности, магнитные и электронные свойства (мессбауэровская спектроскопия, рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, магнитные измерения). Установлено, что из-за эффектов поверхности только часть ионов железа в октаэдрических позициях магнетита участвует в электронном обмене между  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$  состояниями выше температуры Вервея (в отличие от объемного магнетита). При этом распределение заряда по окта- и тетраэдрическим узлам в нано-магнетите имеет вид  $(\text{Fe}^{3+})_{\text{тет}} [\text{Fe}_{1.85}^{2.5+} \text{Fe}_{0.15}^{3+}]_{\text{окт}} \text{O}_4$ . Показано, что эффекты поверхности влияют на электронные состояния ионов железа и преобладают над эффектами, связанными с вакансиями. Обнаружено, что величина коэрцитивной силы в полученном нанокomпозите на порядок выше, чем в объемном магнетите. Это важное для практических применений свойство объясняется большим вкладом поверхности в магнитную анизотропию.

*Работа поддерживается Программой Президиума РАН “Нанотехнологии и наноматериалы”, грант № 24.3.1.*

[1] I.S. Lyubutin, C.R. Lin, Yu.V. Korzhetskiy, T.V. Dmitrieva, and R. K. Chiang. J. Appl. Phys., 106 (2009) 034311.

**ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ  
НАНОПОРОШКОВ КАРБИДА ВОЛЬФРАМА  
И КОМПОЗИЦИЙ WC-Co**

Чувильдеев В.Н.<sup>1</sup>, Благовещенский Ю.В.<sup>2</sup>, Болдин М.С.<sup>1</sup>, Сахаров Н.В.<sup>1</sup>,  
Нохрин А.В.<sup>1</sup>, Исаева Н.В.<sup>2</sup>, Москвичева А.В.<sup>1</sup>, Шотин С.В.<sup>1</sup>, Лопатин  
Ю.Г.<sup>1</sup>, Котков Д.Н.<sup>1</sup>, Писклов А.В.<sup>1</sup>, Смирнова Е.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Научно-исследовательский физико-технический институт Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород

<sup>2</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
nohrin@nifti.unn.ru, yuriblag@imet.ac.ru

В работе описаны результаты экспериментальных исследований процесса консолидации нанопорошков чистого карбида вольфрама WC и твердых сплавов на его основе методом высокоскоростного электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС).

В качестве исходных материалов были использованы нанопорошки WC и ингибиторы TaC и VC. Нанопорошки карбидов были получены методом плазмохимического синтеза. ЭИПС осуществлялось на установке «DR. SINTER model SPS-625» (SPS SYNTEX INC. Ltd.).

Показано, что метод ЭИПС позволяет эффективно управлять параметрами структуры и механическими свойствами карбида вольфрама и формировать высокоплотное наноструктурное состояние с высокой твердостью ( $H_v$ ) и трещиностойкостью ( $K_{Ic}$ ). Установлено, что ЭИПС нанопорошков WC осуществляется при более низких температурах, чем при обычном спекании – характерная температура окончания усадки  $T_2=1380-1520$  °C, что соответствует  $\sim 0.53-0.57T_m$  (где  $T_m=3143$  К – температура плавления WC). Установлено, что при ЭИПС порошков с пониженным содержанием монокарбида наблюдается немонотонный характер зависимости температуры  $T_2$  от начального размера частиц  $R_0$ : увеличение  $R_0$  от 46 до 63 нм приводит к повышению  $T_2$  от 1420 °C до 1520 °C. Дальнейшее увеличение  $R_0$  до 112 нм приводит к уменьшению температуры  $T_2$  до 1380-1390 °C. В случае спекания порошков полностью состоящих из монокарбида вольфрама, увеличение частиц  $R_0$  от 72 нм до 112 нм приводит к незначительному повышению температуры  $T_2$  на 25 °C.

Показано, что в структуре материала полученного методом ЭИПС из порошков с пониженным содержанием монокарбида, наблюдается аномальный рост зерен и формируется разнотельная структура. При ЭИПС нанопорошков полностью состоящих из монокарбида вольфрама наблюдается нормальный рост зерен и имеет место мономодальное распределение зерен по размерам. Средний размер зерна в образцах спеченных при температурах 1500-1550 °C не превышает 0.1-0.3 мкм, а

интенсивный рост зерен, приводящий к формированию крупнозернистой структуры в карбиде вольфрама, активизируется при температурах выше 1800 С. Плотность образцов, спеченных из нанопорошков монокарбида вольфрама, оказывается выше плотности образцов, спеченных при этой же температуре из композиций, с пониженным содержанием монокарбида.

Определены зависимости плотности, твердости и параметров структуры сплавов WC-8 вес%Co с ингибиторными добавками VC и TaC от температуры спекания, скорости нагрева и времени выдержки. Показано, что зависимость плотности от температуры спекания носит немонотонный характер: максимум плотности достигается при температуре твердофазного спекания 1100 °С, а время выдержки не оказывает существенного влияния на плотность.

Показано, что в сплаве WC-8Co-VC сформирована бимодальная структура с крупными ( $d_1 \sim 2 \div 3$  мкм) и мелкими ( $d_2 \sim 0.2 \div 0.3$  мкм) зёрнами, объёмная доля которых зависит от температуры и режимов спекания. В сплаве WC-8Co-TaC сформирована более однородная структура ( $d_1 \sim 1 \div 2$  мкм,  $d_2 \sim 0.3 \div 0.4$  мкм). Показано, что метод ЭИПС позволяет получать наноструктурированные твёрдые сплавы, обладающие хорошим сочетанием « $H_v/K_{1c}$ » - в твёрдом сплаве WC-10Co-1VC сформирована однородная структура с размером зёрна 150-200 нм и повышенными механическими свойствами ( $1710 H_v$ ,  $K_{1c} = 12.6-13$  МПа·м<sup>1/2</sup>).

Работа выполнена при поддержке РФФИ и Министерства образования и науки РФ (ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы», ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы»).

## **СИНТЕЗ И СВОЙСТВА МАГНИТНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ КРЕМНИЯ И ЖЕЛЕЗА**

*Панасенко А.Е., Земнухова Л.А.*

*Институт химии ДВО РАН, Владивосток  
panasenko@ich.dvo.ru*

Пористые материалы на основе диоксида кремния представляют интерес в связи с возможностями их использования в области сорбции, катализа, электроники, биоматериалов, в оптических исследованиях, в качестве сенсорных материалов и т.д. Кремнезем широко используется как материал носителя, потому что его морфология и размер частиц легко контролировать по сравнению с другими материалами. Также диоксид

кремния имеет хорошую термическую стабильность и механическую прочность. При термообработке осажденного диоксида кремния происходит конденсация силанольных групп с образованием силоксановых связей. Уменьшение количества полярных силанольных ОН-групп, способных химически связываться с адсорбатом, приводит к изменению сорбционного сродства сорбента в сторону гидрофобных свойств. Гидрофобная модификация сорбента позволяет, например, более эффективно разрушать эмульсии типа «масло в воде».

Введение в состав сорбента магниточувствительного вещества может использоваться для управления его физическим поведением с помощью искусственно создаваемого магнитного поля, например, для магнитной сепарации из растворов или для целевой магнитонаправленной доставки адсорбированных лекарственных препаратов. Применение таких композиционных материалов открывает большие практические возможности в разных отраслях химии, биологии, медицины и биохимии. В зависимости от требований, целесообразно использовать материалы с различным составом, свойствами поверхности и морфологией, обеспечивающими наилучшие параметры сорбции целевых веществ.

В настоящей работе предложена методика получения композиционных нанодисперсных магниточувствительных материалов путем управляемого гидролиза соединений железа(III) и силикат-ионов. Синтезирован ряд образцов, содержание оксида железа(III) в которых составляет 10.7–63.8 %, а диоксида кремния – от 21.0 до 76.3%. Определенное термогравиметрически количество неструктурной воды составляет до 18 %, а структурной (связанной) – до 2.2%. Частицы такого материала представляют собой ядро из продуктов гидролиза железа(III), окруженное оболочкой из диоксида кремния с высокоразвитой поверхностью.

В зависимости от кислотности реакционной среды наблюдается образование различных продуктов гидролиза ионов  $Fe^{3+}$ . Так, по данным ИК спектроскопии, рентгенофазового и колориметрического методов анализа, при значении  $pH=2.5$  продуктом гидролиза является маггемит  $\gamma-Fe_2O_3$ , обладающий ферромагнитными свойствами; показана практическая возможность магнитной сепарации таких материалов. При  $pH=4$  образуется гетит  $\alpha-FeO(OH)$ , а при увеличении  $pH$  до 5 – лепидокрокит  $\gamma-FeO(OH)$ ; оба этих вещества являются антиферромагнетиками. При дальнейшем нагревании образцов выше 200 °С оксигидроксиды железа трансформируются в маггемит  $\gamma-Fe_2O_3$ , который, в свою очередь, при температуре выше 800 °С переходит в гематит  $\alpha-Fe_2O_3$ , обладающий слабыми ферромагнитными или антиферромагнитными свойствами.

Таким образом, показана возможность получения нанодисперсных композиционных материалов типа  $n\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot m\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Целенаправленно изменять количественный и качественный состав, магнитные свойства и гидрофобность поверхности данных материалов можно путем варьирования условий синтеза (соотношение исходных реагентов, кислотность реакционной среды) и режима термообработки осажденного образца.

## РЕАКЦИОННЫЕ ЭКЗОТЕРМИЧЕСКИЕ ВОЛНЫ В СЛОИСТЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Рогачев А.С., Вадченко С.Г., Шкодич Н.Ф., Непапущев А.А.

*Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН,  
Черноголовка  
rogachev@ism.ac.ru*

В докладе рассмотрены два класса СВС-систем с наноразмерными реагентами, примеры которых представлены на рисунке 1 а,б. К первому классу относятся многослойные реакционные нанопленки с толщиной слоев от 5 нм до 100 нм составленные, как правило, из чередующихся слоев металлов  $M_1$  (Ni, Ti, Pt др.) и  $M_2$  (Al). Второй класс представлен механически структурированными системами, прошедшими обработку в планетарных высокоэнергетичных мельницах и холодную прокатку. Показано, что общими свойствами этих систем является пониженная температура самовоспламенения (на сотни градусов по сравнению с аналогичными порошковыми смесями) и необычно высокая скорость безгазового горения, достигающая десятков метров в секунду. Эти особенности обусловлены не просто малым размером реагентов, но и качественными изменениями свойств вещества в наноструктурном состоянии, такими, как снижение температуры фазовых переходов (плавления), повышение реакционной способности.

Основное внимание уделено вопросу о механизмах инициирования и распространения волн экзотермических реакций в наносистемах. На примере системы никель/алюминий показано, что наиболее вероятной причиной снижения температуры инициирования механически структурированных систем является образование метастабильных наноразмерных кластеров, в которых реагенты перемешаны практически на атомном уровне, но кристаллическая фаза продукта еще не сформировалась. Эти кластеры, которые можно охарактеризовать как метастабильные твердые растворы, служат центрами инициирования реакции при относительно низких температурах.

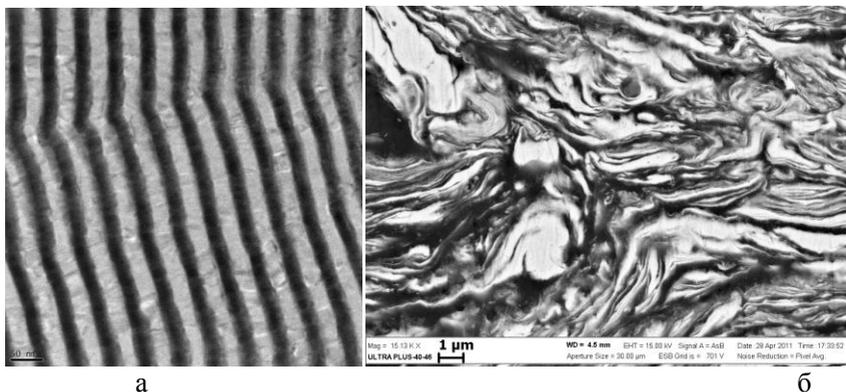


Рисунок 1. Микроструктура наноструктурированных реакционных композитов Ni/Al, полученных магнетронным напылением (а – просвечивающая электронная микроскопия, темная фаза Ni, светлая Al) и механическим структурированием (б – растровая электронная микроскопия, светлая фаза Ni, темная Al).

Основная экзотермическая реакция протекает по механизму прямого растворения тугоплавкого реагента (никеля) в легкоплавком расплаве (алюминий), без образования слоя твердого продукта. Этот механизм отвечает за необычно высокие скорости распространения реакционной волны.

Рассмотрены также существующие и перспективные приложения наноструктурированных СВС-систем.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант 13-03-01043а.*

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА МЕТОДОМ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

Степанов А.Л.<sup>1,2,3</sup>, Осин Ю.Н.<sup>2</sup>, Трифионов А.А.<sup>2</sup>,  
Валеев В.Ф.<sup>1</sup>, Нуждин В.И.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Лазерный центр Ганновера, Ганновер, Германия

<sup>2</sup>Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского РАН, Казань

<sup>3</sup>Казанский федеральный университет, Казань

aanstep@gmail.com

Предлагается новая методика синтеза слоев пористого кремния с наночастицами серебра, основанная на методе высокодозовой низкоэнергетической имплантации ионами металла монокристаллического кремния. В работе проведена имплантация ионами

$\text{Ag}^+$  с энергией 30 кэВ при дозе  $1.5 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> и плотности тока в ионном пучке 4 мкА/см<sup>2</sup> полированной пластины кремния. Методом высокоразрешающей сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микрозондового анализа показано, что в результате имплантации на поверхности кремния формируются структуры пористого кремния со средними размерами порядка 110 - 120 нм, на стенках которых располагаются наночастицы серебра диаметром 10-15 нм. Также было зарегистрировано распухание синтезируемых пористых слоев над поверхностью облучаемого кремния.

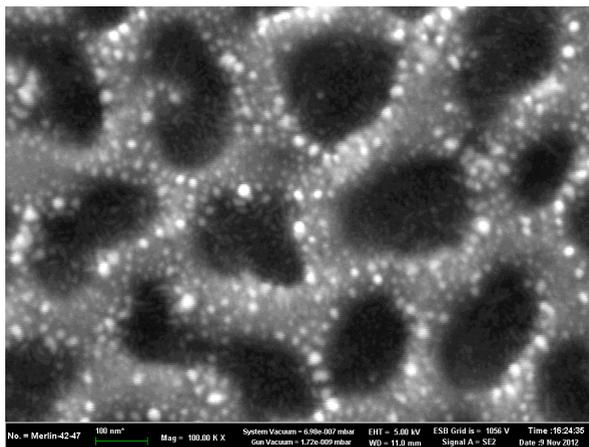


Рис. СЭМ изображения поверхности пористого кремния с наночастицами серебра, полученного низкоэнергетической высокодозовой имплантацией  $\text{Ag}$ -ионов в монокристаллический кремний.

## СИНТЕЗ И СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДОВ Si-Ti С БЕНЗО-КРАУН-ЭФИРАМИ

Федорова О.В., Мурашкевич А.Н.

*Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского УрО РАН,  
Екатеринбург*

*Белорусский технологический университет, Минск, Беларусь  
fedorova@ios.uran.ru; man@bstu.unibel.by*

В последние годы внимание исследователей привлекает возможность использования наноразмерных оксидов металлов в процессах катализа или сорбции. Поскольку у наноразмерных материалов большая удельная поверхность и высокая доля поверхностных атомов, то поверхностные эффекты проявляются ярче.

С другой стороны, макроциклические полиэфиры активно изучаются химиками, физикохимиками, аналитиками, биологами и технологами. В основе большинства технических применений макроциклов лежит их главное и уникальное свойство – способность избирательно захватывать строго определенные ионы в соответствии с размером полости краун-кольца.

Объединив преимущества наноразмерных оксидов и краун-соединений при нанесении их на поверхность нанооксида можно получить композиты, которые могут представить практический интерес, например, в качестве сорбентов катионов металлов.

Разработаны методы синтеза композитов нанооксидов  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  с бензо-краун-эфирами путем введения последних в процессе золь-гель синтеза нанооксидов. Получены наноразмерные композиты с различным соотношением Si:Ti, содержащие дибензо-18-краун-6, дибензо-21-краун-7 или дибензо-24-краун-8.

Изучены процессы сорбции новыми композитами некоторых щелочноземельных и редкоземельных металлов из 1, 3 и 5 молярных солянокислых растворов, проведено сравнение с процессами сорбции с участием исходных краун-эфиров в твердом виде. При переходе от краун-эфиров к их композитам на основе наноразмерных оксидов отмечено изменение селективности сорбции, что, по-видимому, связано изменением конформации макроцикла в композите.

Наибольшие коэффициенты распределения (при сорбции из смесей катионов) зафиксированы для катионов бария ( $D = 4.29$ ) и иттербия ( $D = 5.63$ ). В частности, барий сорбируется нанокompозитом  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ -дибензо-18-краун-6 из 5 М растворов HCl лучше, чем стронций и появляется возможность отделить примесь бария от стронция. В этих же условиях отмечена высокая селективность в отношении катионов иттербия, что может быть использовано для его выделения из смесей редкоземельных металлов.

Полученные результаты свидетельствуют о перспективности дальнейших исследований в области сорбции катионов щелочноземельных и редкоземельных металлов наноразмерными композитами на основе оксидов металлов с бензо-краун-эфирами.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 12-03-90039-Бел\_а); Президиума УрО РАН (проект 12-Р-3-1030) а также государственной программы поддержки ведущих научных школ (грант НШ 5505.2012.3.)*

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### ПОЛУЧЕНИЕ АЛЮМОКОМПОЗИТОВ С ИНТЕГРИРОВАННЫМИ НАНОЧАСТИЦАМИ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Агуреев Л.Е., Костиков В.И., Еремеева Ж.В.

*НИТУ «МИСиС», Москва*

*trynano@gmail.com*

В НИТУ «МИСиС» под руководством д.т.н., члена-корр. РАН В.И.Костикова разрабатываются алюмокомпозиты, упрочнённые наночастицами  $ZrO_2$  и  $SiC$  в малых концентрациях.

Совместно с ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» созданы образцы материала с алюминиевой матрицей, упрочнённого 0,363, 0,903 и 2,227 % об. (или 0,537, 1,332 и 3,265 % масс.).

Для получения нанодисперсных порошков оксида алюминия использовалась плазмохимическая установка конструкции ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова.

Плазмохимическая установка предназначена для синтеза неорганических нанопорошков с размером частиц менее 0,1 мкм. Изменение технологической схемы процесса и отдельных узлов оборудования позволяет использовать установку для синтеза широкого диапазона нанопорошков (металлов, оксидов, карбидов, карбонитридов, композиций) с заданным дисперсным и химическим составом.

В качестве матрицы использовали порошок алюминия АСД-4 («СУАЛ»).

Порошки были спрессованы при разных давлениях 10, 20 и 50 бар.

Прессование образцов производилось в простейшей пресс-форме.

Спекание проводилось в вакууме (0,05 мм рт. ст.) при температуре 590 °С в течение 90 мин.

Отмечено, что микроструктура нанокомпозита неоднородна по распределению зёрен с одинаковым размером. Наблюдаются участки с мелкими зёрнами (0,5 – 3,5 мкм), расположенные внутри крупнозернистой матрицы (3,5-10 мкм). Максимальная микротвёрдость отмечена у материала, приготовленного при давлении 20 бар на участках с мелким зерном, которая составила 0,52 ГПа. Для сравнения микротвёрдость алюминия находится в пределах 0,1 – 0,37 ГПа при различных нагрузках. Микротвёрдость композитов на участках с крупным зерном была меньше и не изменялась для всех образцов при нагрузке 50 г, составив 0,32 ГПа. Вероятно, это произошло из-за плохого распределения наночастиц в матрице.

## ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА И НИКЕЛЯ В ПОРАХ УГЛЕРОДНОЙ МАТРИЦЫ С ЦЕЛЬЮ СОЗДАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МЕТАЛЛ-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИТОВ

Захаров Ю.А.<sup>1,2</sup>, Пугачев В.М.<sup>2</sup>, Сименюк Г.Ю.<sup>1</sup>, Воропай А.Н.<sup>1</sup>,  
Павелко Н.В.<sup>2</sup>, Манина Т.С.<sup>1</sup>, Барнаков Ч.Н.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт углеродной и химического материаловедения СО РАН, Кемерово

<sup>2</sup>Кемеровский государственный университет, Кемерово

*zaharov@kemsu.ru*

Получение наноструктурированных металл-углеродных композитов (НМУК) чистых, регулярно построенных, с заданными функциональными свойствами, морфологией, составом – достаточно сложный процесс и одновременно – актуальная научная и практикоориентированная задача. Как правило, известные методы получения НМУК требуют сложного аппаратного обеспечения и, следовательно, являются дорогостоящими, либо целевые продукты морфологически не регулярны и содержат большое количество примесей. Настоящая работа является одной из первых, приближающих к решению задачи на примере формирования НМУК на основе высокопористых углеродных материалов (ВУМ) «Карбонизат» и «Кемерит» [1,2] ( $S_{уд} = 1000\text{--}2500 \text{ м}^2/\text{г}$ ,  $V_{пор} = 0,8\text{--}3,6 \text{ см}^3/\text{г}$ ), разработанных в ИУХМ СО РАН.

Наночастицы золота и никеля получали восстановлением водных растворов  $\text{HAuCl}_4$  и  $\text{NiCl}_2$  соответственно в порах ВУМ.

В установленных в качестве оптимальных условиях (температура, время и др.) ВУМ пропитывался растворами  $\text{HAuCl}_4$  и  $\text{NiCl}_2$ ; заполнение пор контролировалось анализом на содержание Au и Ni в матрице (рентгенофлуоресцентная приставка к дифрактометру ДИФРЕЙ и атомно-эмиссионный спектрометр iCAP6500 Duo LA).

Восстановление прекурсоров проводилось в двух вариантах: А – самой матрицей (обнаруженный эффект, изучаемый специально); Б – раствором гидразингидрата при различных температурах, с изучением кинетики процессов. Методами малоуглового рассеяния рентгеновского излучения (КРМ-1), анализа изменений пористой структуры ВУМ при формировании НМУК (изотермы адсорбции-десорбции  $\text{N}_2$  при 77,4 К; вакуумная статическая установка ASAP-2020), показано, что  $\text{HAuCl}_4$  быстро восстанавливается самим ВУМ на внутренней поверхности пор с формированием слоев Au наноразмерной толщины «декорирующих» поры. Более медленное восстановление матрицей Ni приводит преимущественно к образованию в порах кристаллитов, размеры которых совпадают с размерами пор (анализ уширения дифракционных линий, дифрактометры ДРОН-3 и Bruker D8 ADVANCE). При восстановлении в

режиме Б и совместном режиме А+Б кристаллиты Au и Ni формируются как в порах ВУМ (размеры 4–6 нм) так и на внешней поверхности матриц (размеры 40–60 нм), существенно уменьшая общую поверхность и объем пор исходной матрицы. Судя по данным ЭПР (спектрометр EMX–m40X, Bruker), частицы никеля находятся в суперпарамагнитном состоянии.

Рассматриваются перспективы использования полученных НМУК в качестве материалов электродов ионисторов и катализаторов в реакциях жидкофазного окисления озона бензола.

*Авторы благодарят к.ф.-м.н. Додонова В.Г. за помощь в проведении исследований.*

*Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП КемНЦ СО РАН и поддержана грантами Минобрнауки РФ.*

#### *Литература*

1. Патент РФ № 2206394.
2. Манина Т.С. Федорова Н.И., Семенова С.А., Исмагилов З.Р. Переработка низкосортных окисленных углей с получением высокоэффективных углеродных сорбентов // Кокс и химия. – 2012. – № 3. – С. 43–46.

### **ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПОЛИМЕРНОГО АГЕНТА И ДЛИТЕЛЬНОСТИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПРОЦЕССА НА СТРУКТУРИРОВАННОСТЬ НАНОПОРОШКОВ $ZrO_2$**

Ильичёва А.А.<sup>1</sup>, До М.<sup>2</sup>, Михайлина Н.А.<sup>1</sup>, Михаленко И.И.<sup>2</sup>, Подзорова Л.И.<sup>1</sup>, Куцев С.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*Российский университет дружбы народов, Москва  
podzorova@pochta.ru, imikhalenko@mail.ru*

Нанопорошки вследствие высокой свободной поверхностной энергии представляют собой сложные иерархические системы, включающие агломераты свыше 100 мкм. Это нивелирует эффект размерного фактора, влияющего на снижение температур спекания материалов. Одним из вариантов предотвращения первичной агломерации на стадии золь-гель синтеза является создание пространственных препятствий конденсации частиц за счёт добавок полимеров или поверхностно-активных веществ.

В работе рассмотрено влияние концентрации поливинилпирролидона (ПВП) и длительности золь-гель синтеза прекурсоров порошков, на их морфологию, удельную поверхность, пористость и гранулометрию, исследованных с помощью растрового электронного микроскопа, лазерного и адсорбционно-структурного анализаторов.

Продукты золь-гель синтеза модифицированной системы  $ZrO_2-Yb_2O_3$  [1] были приготовлены без ПВП и с ПВП в количестве от 0,05 до 0,15 масс. %. Порошки получали в виде ксерогелей после термообработки гидрогелей при  $180^\circ C$  в течение 2 часов. Турбидиметрическим методом по изменению мутности проб, отобранных в ходе синтеза, было установлено, что суспензии лиогеля представлены в основном двумя фракциями с агрегированными (1) и неагрегированными (2) частицами. Их относительное количество отражает отношение скоростей седиментации  $W_1/W_2$ , которое возрастает в ходе золь-гель синтеза и в присутствии ПВП (рис.1,2). При содержании ПВП 0,075% могут быть получены наиболее структурированные гидрогели, а их них ксерогели с максимумом  $W_1$  и  $W_2$  при оптимальной добавке полимерного компонента.

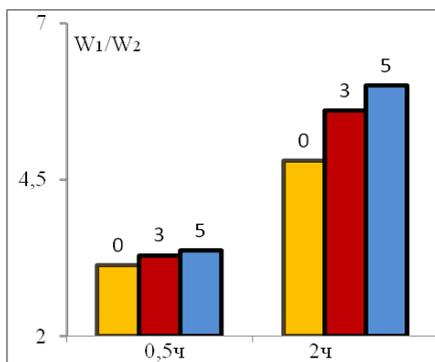


Рис.1.

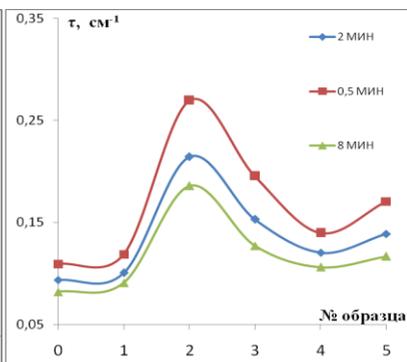


Рис.2.

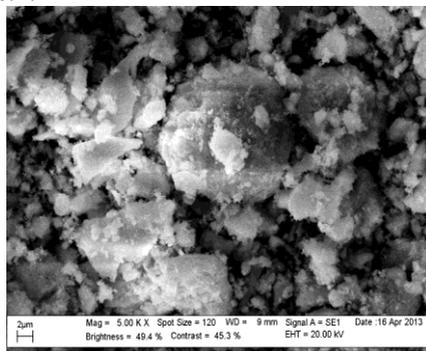


Рис.3. Образец №2.

Порошки ксерогелей имеют иерархическую структуру с агломератами неоднородного фракционного и фрактального составов с уплощенными чешуйчатыми частицами. В порошках без ПАВ содержатся агломераты

размером свыше 100 мкм до 15%, в порошках с ПВП преобладают частицы размером около 2 мкм.

Размерные характеристики порошков ксерогеля

№ образца и % ПВП	0	1 (0,05)	2 (0,075)	3 (0,1)	4 (0,15)	5 (0,15)
S уд., м <sup>2</sup> /г ± 1	75	230	240	200	200	240
Øср.инд. частиц, нм	14,0	4,5	4,0	5,0	5,0	4,0
Пористость общ., см <sup>3</sup> /г	0,065	0,23	0,26	0,12	0,18	0,24

Таким образом, показана эффективность и определена оптимальная концентрация ПВП для получения низкоагломерированных нанопорошков диоксида циркония.

#### *Литература*

1. Михайлина Н.А., Подзорова Л.И., Румянцева М.Н., Шворнева Л.И. и др. // Перспективные материалы .- 2010,. №3, с.44-48.

## **КОМПОЗИТЫ МАНГАНИТ-ПОЛИМЕР С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ МАГНЕТСОПРОТИВЛЕНИЯ**

Елисеев А.А., Васильев А.В.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
artem.a.eliseev@gmail.com*

В последнее время значительный интерес проявляется к материалам пригодным для создания элементов магнеторезистивной оперативной памяти (MRAM). Для применения в этой области материал должен обладать гистерезисом магнетосопротивления при предполагаемом диапазоне температур использования. Данный эффект характерен для композитов, содержащих одновременно магнеторезистивную (обеспечивает изменение сопротивления при приложении к образцу магнитного поля) и другую ферромагнитную (создает магнитное поле внутри материала в отсутствие внешнего) фазы.

В настоящей работе в качестве магнеторезистивной фазы был выбран манганит лантана-стронция. В качестве второй ферромагнитной фазы были выбраны гексаферрит стронция и металлическое железо. В качестве связующих использовали сахарозу или ПММА. Для синтеза

нанокристаллических порошков манганита лантана-стронция и гексаферрита стронция был выбран золь-гель метод с последующей термообработкой. Данная методика позволяет получать порошки необходимого состава с контролируемым размером частиц. Для получения композитов LSMO-ферромагнетик-полимер полученные порошки смешивались в требуемых соотношениях с самим полимером или его раствором, после чего высушивались. Полученная смесь механически перемешивалась и подвергалась теплоте прессованию при 180 °С.

С использованием стандартного четырехконтактного метода была измерена зависимость сопротивления образца от приложенного магнитного поля при комнатной температуре. Было отмечено заметное изменение величины сопротивления уже при малых величинах магнитного поля, что объясняется несобственными эффектами (туннельное МС) магнетосопротивления в композите. В полученных образцах наблюдается гистерезис в полевой зависимости магнетосопротивления при комнатной температуре величина которого составляет 0,2 % в полях до 400 Э, что позволяет использовать подобные материалы в качестве функционального элемента MRAM. Так же для более подробного описания эффекта проводились измерения при 77 К, что позволяло увеличить вклад туннельного МС в суммарную величину эффекта. Стоит заметить, что гистерезис наблюдается в магнитных полях до 8000 Э. Такое свойство композита можно использовать в датчиках памяти воздействия сильными магнитными полями.

Таким образом, в ходе данной работы были получены композиты на основе манганита, обладающие эффектом памяти магнетосопротивления и установлены зависимости состав-микроструктура-магнеторезистивные свойства композита. В частности, в системе манганит – железо – сахараза, в образце с соотношением компонентов 40%, 53% и 7% соответственно были достигнуты величины эффекта 0,2% при комнатной температуре и 5,50% при температуре жидкого азота в составе 30%, 63%, 7%. Так же в ходе работы установлено, что тип связующего не оказывает серьезного влияния на магнеторезистивные свойства композита.

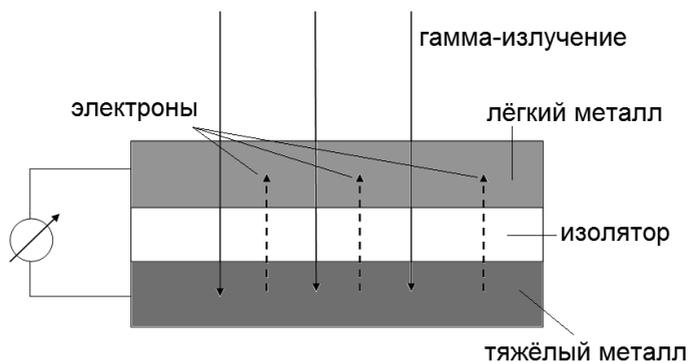
*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 12-03-31074.*

## ИЗУЧЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ В ЭЛЕКТРИЧЕСКУЮ ЭНЕРГИЮ НА ОСНОВЕ БИОМОРФНЫХ КОМПОЗИТОВ

Ершов А.Е., Классен Н.В., Курлов В.Н.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка  
erшов@issp.ac.ru*

В настоящее время для решения ряда задач необходимы автономные источники электроэнергии с длительным периодом работы. Такие источники электроэнергии востребованы, например, при использовании за полярным кругом, в космосе и т.д., то есть при работе в труднодоступных местах, удаленных от энергетической инфраструктуры. В качестве источников энергии могут выступать радиоактивные короткоживущие изотопы, при ядерном распаде которых выделяется целый ряд высокоэнергетических частиц и излучений. В связи с этим актуальной задачей становится разработка способов преобразования энергии ионизирующих излучений в электроэнергию.



Один из возможных способов преобразования радиации в электричество основан на непосредственном разделении электронов, выбиваемых гамма-квантами из эмиттера на основе тяжелого проводника за счет комптоновского рассеяния и фотоэффекта. Для этого может применяться схема, состоящая из последовательно лежащих слоев из тяжелого и легкого проводников (эмиттера и коллектора), разделенных слоем изолятора, как показано на рисунке. Кинетической энергии выбиваемых электронов хватает для преодоления тонкого слоя изолятора, после чего они аккумулируются в коллекторе.

Главной сложностью при создании такого типа устройств является необходимость микро- и наномасштабного управления структурой

преобразователя для достижения высокой эффективности преобразования. В связи трудностями формирования подобных структур описанные в доступных нам публикациях образцы либо имеют низкий КПД, либо слишком дороги и сложны в производстве для практического применения.

В качестве компромиссного варианта для создания преобразователей рассматривается возможность использования биоморфных композитов. Для получения таких материалов используется древесина, на основе которой можно изготовить углеродные и карбидокремниевые матрицы, хорошо сохраняющие микроканальную структуру исходного материала. Важно отметить, что характерные размеры каналов и их стенок составляют единицы и десятки микрон, а их удельная поверхность, которой определяется вырабатываемая мощность, достигает более 1000 кв. см. на 1 см<sup>3</sup>. Эти величины достаточно близки к оптимальным параметрам преобразователей.

В данной работе исследуется эффективность преобразователей на основе биоморфных карбидокремниевых матриц с наполнителем на основе эвтектики Рb-Vi. В качестве слоя изолятора используется слой оксида кремния, полученный путем окисления карбида кремния в воздушной атмосфере. Также, для сравнения, проведены измерения эффективности планарной структуры SiC-SiO<sub>2</sub>-эвтектика.

*Данная работа поддерживается грантом РФФИ № 13-08-01440.*

## **ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ КОМПОЗИТОВ 3D-МЕТАЛЛ/ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ И ИХ ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

Леньшин А.С.<sup>1</sup>, Середин П.В.<sup>1</sup>, Минаков Д.А.<sup>1</sup>, Кашкаров В.М.<sup>1</sup>, Агапов Б.Л.<sup>1</sup>, Домашевская Э.П.<sup>1</sup>, Кононова И.Е.<sup>2</sup>, Мошников В.А.<sup>2</sup>, Терехова Н.С.<sup>3</sup>, Шабанова И.Н.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ», Санкт-Петербург

<sup>3</sup>Физико-технический институт УрО РАН, Ижевск  
*lenshinas@phys.vsu.ru*

Создание многофункциональных композитных материалов с высокой чувствительностью и селективностью, совмещенное с традиционной кремниевой технологией, представляет интерес для нескольких областей развития современной науки: для создания ячеек памяти, электролюминесцентных и эмитирующих электроны приборов., в качестве сенсорных материалов для экспресс диагностики. Тем не менее,

основной проблемой для широкого применения структур на основе пористого кремния является деградация его фотолюминесцентных свойств со временем.

В данной работе исследованы особенности формирования наноструктурированных материалов с железом, кобальтом и никелем, полученных золь-гель методом на подложках пористого кремния, и сравнение их оптических характеристик после длительной выдержки в естественных условиях. Пористый кремний получен по стандартной методике. Осаждение металла в пористый слой происходило как нанесение золя, состоящего из хлорида соответствующего металла тетраэтилортосиликата так, чтобы конечный состав пленки на поверхности пористого кремния после отжига содержал ~ 90 мол. % металлооксида к 10 мол. %  $\text{SiO}_2$ . Золи распределяли на поверхности подложек с помощью центрифуги и подвергали термической обработке. Были получены растровые изображения поверхности образцов, проведен элементный анализ их состава с использованием Оже-спектроскопии. Исследован состав образцов с использованием ИК-спектроскопии и их фотолюминесценция. Для возбуждения ФЛ был использован лазер с длиной волны излучения 337нм. Исследования образцов проводились после выдержки на атмосфере в лабораторных условиях в течение 6 месяцев.

Данные микроанализа с поверхности образцов оценивают присутствие осажденных металлов в количестве 2-6 ат. % в зависимости от осаждаемого металла. Отмечено увеличение интенсивности полосы поглощения ИК-спектра образцов с осажденными металлами в области  $804 \text{ см}^{-1}$ , и  $906 \text{ см}^{-1}$  характерной для связей кремний-водород. Это свидетельствует о сохранении водорода в порах при покрытии поверхности образцов металл-оксидной пленкой. Данная особенность формирования композитов с металлами на основе пористого кремния может иметь достаточно важное практическое значение в технологиях формирования топливных элементов для водородной энергетики.

Пик полосы фотолюминесценции как исходного пористого кремния, так и пористого кремния с осажденными 3d-металлами находится в области 560 нм. Практически важным результатом для применения в современной оптоэлектронике является то, что интенсивность фотолюминесценции нанокompозитов с осажденными металлами через полгода выдержки на атмосфере выше, чем у пористого кремния после полугодового старения в тех же условиях. При этом наиболее яркая фотолюминесценция наблюдается у образцов нанокompозитов с осажденным кобальтом. Данное свойство образцов можно объяснить формированием на поверхности пористого слоя тонкой металл-оксидной

пленки, которая препятствует проникновению вглубь пор кислорода, ведущего к деградации его оптических характеристик. Кроме того, можно предположить, что поступающий из атмосферы на поверхность образцов кислород расходуется, в первую очередь, на окисление металла, как более химически активного элемента, замедляя окисление матрицы пористого кремния и деградацию его люминесценции.

## **РАЗРАБОТКА НАНОМОДИФИЦИРОВАННОЙ СВЯЗКИ НА ОСНОВЕ СПЛАВА Cu-Fe-Co-Ni ДЛЯ СОЗДАНИЯ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ РЕЗУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Логинов П.А., Левашов Е.А., Курбаткина В.В., Сидоренко Д.А.

*НИТУ «МИСис», Москва*

*pavel.loginov.misis@list.ru*

Одним из наиболее распространенных способов усовершенствования режущих инструментов на основе сверхтвердых материалов (СТМ) – алмаза и кубического нитрида бора – является упрочнение металлической связки, удерживающей абразивные зерна. Данный подход позволяет уменьшить износ инструмента и повысить его ресурс. Кроме того, прочностные свойства материала матрицы, особенно предел прочности при изгибе, наиболее достоверно коррелируют с прочностью алмазоудержания. Связка, обладающая большей прочностью и ударной вязкостью, сможет обеспечить максимальное использование СТМ.

Не меняя существенно состав металлической связки инструмента, повысить ее прочностные свойства можно путем введения наночастиц тугоплавких соединений, которые активно не взаимодействуют со связкой и не растворяются в ней вплоть до температуры плавления. Под действием касательных напряжений в материале дислокации, двигаясь в направлении наночастиц, изгибаются вокруг них, смыкаются и образуют дислокационные петли. Каждая новая дислокация, проходя через наночастицы, оставляет все новые петли, увеличивая суммарную длину дислокаций. Эти петли создают поля упругих напряжений, затрудняющие прохождение новых дислокаций между частицами, за счет чего достигается эффект упрочнения материала.

В качестве упрочняющей добавки в данной работе были использованы наночастицы WC, ZrO<sub>2</sub>, h-BN. Их введение в связку осуществляли с помощью планетарных центробежных мельниц различной модификации, что позволило гомогенно распределить наночастицы по объему порошковой связки.

Исходя из результатов испытаний механических свойств (твердость, прочность на изгиб, ударная вязкость) образцов связок, были

установлены оптимальные концентрации добавок WC, ZrO<sub>2</sub> и h-BN. Исследовано влияние упрочняющих добавок на прессуемость и спекаемость порошковых смесей на основе Cu-Fe-Co-Ni. Рассчитаны значения энергии активации спекания для исходной и наномодифицированной связки.

Из связок, обладавших лучшим сочетанием механических и трибологических свойств, для испытаний по резке сталей и чугуна были изготовлены дисковые и канатные пилы. Традиционно применяющиеся в режущих инструментах алмазы были частично замещены на кубический нитрид бора, который является более теплостойким и химически инертным по отношению к железу, что при резании стали и чугуна способствует снижению износа. По результатам стендовых испытаний канатных пил и сегментных отрезных дисков (по резке стали) определено оптимальное соотношение зерен алмаза и cBN в инструменте. Выбранное соотношение СТМ позволило получить инструмент с достаточно высокой производительностью и удельным ресурсом. Сравнительные стендовые испытания данных видов режущих инструментов по обработке заготовок из Стали3 и чугуна СЧ20 показали увеличение ресурса в 1,5 – 3 раза и производительности (для канатных пил) в 1,5-2 раза по сравнению с лучшими зарубежными аналогами.

## **ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИИ И ПЕРЕНОСА ЗАРЯДА В НАНОКОМПОЗИТАХ ИЗ НЕОРГАНИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ И ПОЛИМЕРОВ ПРИ ИОНИЗИРУЮЩЕМ ОБЛУЧЕНИИ**

Покидов А.П., Классен Н.В.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка  
pokidov@issp.ac.ru, klassen@issp.ac.ru*

При изучении влияния ультрафиолетового излучения на пластичность обнаружено значительное обратимое разупрочнение как чистого полистирола, так и его композита с наночастицами фторида лютетия. Температурные зависимости этого разупрочнения имеют заметный максимум в окрестности температуры стеклования полистирола, где величина светового разупрочнения достигает 70 % от темнового предела текучести. Температурные зависимости как предела текучести, так и фотопластического эффекта в композите полистирол – фторид лютетия сдвинуты в область низких температур относительно чистого полистирола приблизительно на 5°C. Обнаружено значительное ускорение кинетики разупрочнения в композите по сравнению с чистым полистиролом, выражающееся в значительном сокращении времени выхода деформирующего напряжения на стационарный уровень после

воздействия или прекращения воздействия ультрафиолетового излучения. С другой стороны, влияние воздействия рентгеновского излучения на чистый полистирол практически не обнаруживается. Существование прочных связей в композитах из полимеров и наносцинтилляторов подтверждается экспериментальными наблюдениями сильного низкотемпературного упрочнения полистирола при введении в него наночастиц  $\text{LuF}_3$  и заметного влияния ионизирующего облучения на механические свойства полученного композита. Установлено, что кривая температурной зависимости пластичности при температурах ниже точки стеклования у композитов полистирола с наночастицами  $\text{Cs}_2\text{SO}_4$  или  $\text{LuF}_3$  идет значительно круче, чем у чистого полистирола, что указывает на значительное увеличение энергии активации деформационного массопереноса при введении в полистирол указанных наполнителей. При этом при температурах намного ниже точки стеклования предел текучести композита значительно выше, чем у исходного полистирола, но по мере приближения к точке стеклования (при температуре в районе  $80^\circ\text{C}$ ) композит становится мягче исходного материала.

Разупрочнение исследованных материалов под действием ультрафиолетового излучения можно объяснить тем, что поглощение оптических фотонов электронами межмолекулярных связей приводит либо к разрушению, либо к разрыхлению этих связей. Так или иначе, оптическое возбуждение ослабляет межмолекулярные связи дополнительно к их ослаблению, вызванному тепловым движением молекул. При температурах чуть ниже температуры стеклования ультрафиолетовое возбуждение ослабленных связей становится достаточным для того, чтобы количество этих связей превысило порог, выше которого начинаются интенсивные изменения конфигурации молекул. При более высоких или более низких относительно точки стеклования температурах светоиндуцированные изменения количества разрыхленных связей оказываются не достаточными для того, чтобы заметным образом изменить условия конфигурационных изменений исследуемой системы. Поэтому именно в окрестности температуры стеклования фотопластический эффект, как для чистого полистирола, так и для его композита с наночастицами фторида лютеция имеет максимум. При рентгеновском облучении композита прямой разрыв или разрыхление связей отсутствует, т.к. поглощение происходит только в неорганических наночастицах. Но быстрые электроны и экситоны, возбуждаемые при этом поглощении, быстро мигрируют в их органическое окружение, что и приводит к изменению пластичности композита. Следует отметить, что при рентгеновском облучении

отрицательно заряженные электроны мигрируют из неорганики в органику, а при ультрафиолетовом – наоборот.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-02-31693 и № 12-02-90015.*

## **ПРОЦЕССЫ СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ, СОДЕРЖАЩИХ В ШИХТЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ ВОЛОКНА**

Панов В.С., Еремеева Ж.В., Скорииков Р.А.

*НИТУ «МИСиС», Москва  
eremeeva-shanna@yandex.ru*

Введение наноразмерных углеродных волокон марки «Таунит» совместно с искусственным специальным малозольным графитом вместо традиционно применяемого карандашного графита (ГК-1, ГОСТ 4404-78) в порошковую шихту для получения порошковых сталей оказывает положительное влияние на формирование структуры и свойств порошковых материалов на стадиях приготовления исходной шихты, её прессования и спекания.

Рассмотрены закономерности спекания формовок, содержащих наноразмерные углеродные волокна в шихте, их влияние на формирование структуры и свойств получаемых материалов. Установлено существенное ускорение гомогенизации материала, повышение однородности структуры, уменьшение количества неметаллических включений и улучшение всего комплекса механических свойств при введении наноразмерных волокон марки «Таунит» по сравнению с ГК. Применение наноразмерных волокон по сравнению с другими видами углерода улучшило условия восстановления поверхностных оксидов и отвода продуктов их восстановления. Исследования распределения углерода в объеме материала с помощью Оже-спектроскопии и фрактографии показали, что при использовании наноразмерных волокон химическая неоднородность практически отсутствует. Увеличение продолжительности спекания при 1100°C приводило к возрастанию временному сопротивлению разрушению при растяжении  $\sigma_b$ , причем его темп уменьшался с увеличением количества наноразмерных волокон в шихте из-за увеличения количества диффундирующих атомов углерода. Увеличение активности вводимого наноразмерного углерода обусловило повышенное значение временному сопротивлению разрушению при растяжении  $\sigma_b$  при всех значениях времени спекания.

Изучено влияние характеристик структуры образующегося при спекании аустенита на конечную структуру материала и его свойства.

Зародыши аустенита возникают в местах сегрегации углерода на границах зерен и в наиболее дефектных зонах. Число таких зародышей и скорость их роста определяют, в конечном счете, размеры зерен аустенита и продуктов его распада. Чем крупнее частицы углерода, как в случае применения ГК-1, тем крупнее образованные при их взаимодействии с частицами железа зерна аустенита.

При наличии наноразмерного углерода в шихте в процессе спекания возникает большее число зародышей аустенита, очагов растворения углерода и более мелкозернистый аустенит. Многочисленность границ зерен аустенита приводит к возникновению перлитных колоний, которые мешают росту друг друга, а в случае медленного охлаждения происходит изотермическая выдержка и сфероидизация перлита. Кроме того, при введении наноразмерных углеродных волокон не были зафиксированы избыточные фазы феррита и цементита, структура получалась равномерной даже при более низких температурах спекания, чем в случае использования ГК.

## **ВЛИЯНИЕ ТЕРМОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУР С РЕШЁТКОЙ ИНВЕРТИРОВАННОГО ОПАЛА НА ФОРМИРОВАНИЕ ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ**

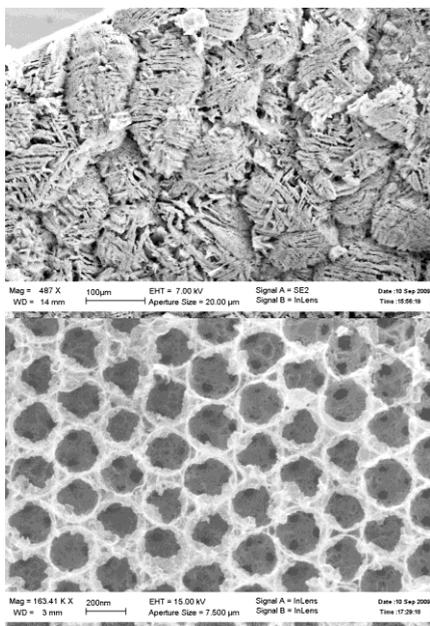
Сухина Н.С.<sup>1</sup>, Масалов В.М.<sup>1</sup>, Жохов А.А.<sup>1</sup>,

Ходос И.И.<sup>2</sup>, Емельченко Г.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка,*

<sup>2</sup>*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых  
материалов РАН, Черноголовка  
suhina@issp.ac.ru*

Наноструктурные углеродные материалы находят широкое применение во многих областях техники. Наиболее активно развиваются направления, связанные с портативными источниками питания в микроэлектронике, накопителями энергии, компонентами силовых импульсных устройств и других приборов, где существует необходимость быстродействующего источника энергии. Важнейшими параметрами углеродных материалов, используемых в электрохимических источниках питания в качестве электродов, являются площадь удельной поверхности, размеры и топология пор. Высокая площадь удельной поверхности углерода повышает способность к аккумулярованию зарядов на его поверхности. Основной вклад в площадь удельной поверхности вносят микропоры диаметром менее 2 нм. Углеродные наноструктуры с большой площадью удельной



СЭМ-изображения среза инвертированного опала SiC/C после

формирование и развитие пористой структуры.

Важнейшее значение для развития микропористой системы имеет щелочная активация образцов с использованием гидроксида калия. Активация щелочью способствует увеличению объёма пор и образованию микропор. Анализ экспериментальных данных показывает, что при активации образцов объём микропор и площадь удельной поверхности (по BET) увеличиваются пропорционально. Только после активации образцы обладают максимальной площадью удельной поверхности (до  $2500 \text{ м}^2/\text{г}$ ) и максимальным объёмом пор (до  $1,72 \text{ см}^3/\text{г}$ ).

Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения были исследованы морфология и структура образцов. В образцах были обнаружены луковичеобразные углеродные наночастицы, образованные в процессе высокотемпературной термохимической обработки, механизм образования которых не определён. Сделано предположение, что сорбционные поры размером  $\sim 1,5 \text{ нм}$  могут быть обусловлены пустотами, наблюдаемыми в ядре луковичеобразных наночастиц.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 13-02-00777.*

поверхности перспективны в качестве сорбентов, сенсоров и катализаторов.

В настоящей работе представлены результаты исследований влияния термохимической обработки опаловых матриц, заполняемых углеродсодержащими соединениями с последующим растворением из них диоксида кремния, на формирование пористой структуры. Характеристики пористой структуры определялись с помощью газовой адсорбции-десорбции. Исследования показали, что температура обработки образцов и размеры частиц диоксида кремния в исходной опаловой матрице оказывают решающее влияние на

## НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ ЭЛЕКТРОДЫ НА ОСНОВЕ ФОСФИДА ИНДИЯ – ОСНОВА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СУПЕРКОНДЕНСАТОРОВ

Сычигова Я.А.

*Бердянский государственный педагогический университет, Бердянск,*

*Украина*

*yanasuchikova@mail.ru*

Суперконденсаторы представляют интерес для хранения энергии в гибридных электрических устройствах, питающихся от аккумуляторов в связи с их высокой удельной мощностью, отличной обратимостью и большой циклической жизнью по сравнению с батареями. Исследования в этой области направлены на развитие материалов электродов, морфологии пористой поверхности и оптимизации некоторых параметров. В последнее время оксид марганца привлекает внимание ученых благодаря низкой стоимости и экологичности. Однако данные материалы обладают рядом недостатков, среди которых низкая проводимость и низкая удельная емкость. Это побуждает ученых к поиску новых материалов, которые удовлетворяют требования, предъявляемые к сырью для производства электродов суперконденсаторов.

Как вариант активно рассматриваются полупроводниковые кристаллы, а именно пористые структуры, выращенные на их основе. Известно, что способность к порообразованию проявляют такие полупроводники, как кремний, германий, кристаллы группы АЗВ5. Особое место в этом ряду занимает фосфид индия благодаря простоте получения пористых слоев на его основе и легкостью управления морфологическими свойствами.

Пленки пористого фосфида индия получают методом электрохимического травления в растворах плавиковой и соляной кислот. Время травления, как правило, не превышает 15 минут, за которое удается получить слои толщиной до 50 мкм.

Рис.1 демонстрирует изображение морфологии пористого образца фосфида индия, полученного путем электролитического травления n-InP (100) в растворе соляной кислоты. На рисунке можно видеть упорядоченный ансамбль пор, который образовался на подложке из монокристаллического фосфида индия. Поры проросли по всей поверхности слитка. Размер пор составляет 30 - 40 нм, что свидетельствует о том, что данная структура является наноразмерной. Размер стенок между порами находится в пределах 5-11 нм. Подобный результат является технологически важным, так как качество пористых пленок определяется размерами наноструктур, степенью пористости и равномерностью распределения пор по поверхности образца. Чем меньше

размер пор и чем больше процент пористости, тем качественней является пористая структура. Глубина прорастания каналов пор составляет приблизительно 35мкм.

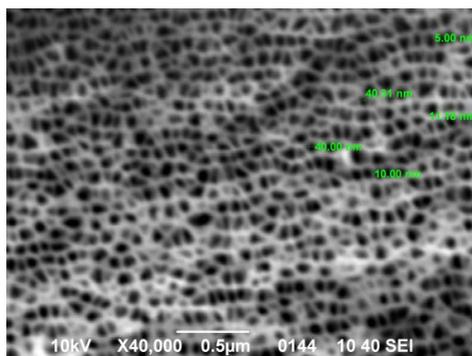


Рис.1. РЕМ-изображение морфологии пористого n-InP (100), полученного путем электрохимического травления в 5% HCl, t=5мин

Подобные результаты позволяют рассматривать пористый фосфид индия в качестве сырья для производства электродов для суперконденсаторов. Следует отметить, что данный вопрос требует дальнейшего изучения и обсуждения.

## **ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ СТАБИЛИЗАТОРА ЗОЛЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ТЕРМИЧЕСКУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО $ZrO_2$**

Трусова Е.А., Хрущёва А.А., Шелехов Е.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
trusova@imet.ac.ru, anastasiya.xr@gmail.com*

$ZrO_2$  зарекомендовал себя как биоинертный, прочный и износоустойчивый материал для медицинской керамики. Например, он является упрочняющим компонентом при создании мелкозернистой керамики на основе  $Al_2O_3$  для эндопротезирования. Поэтому актуальной задачей является изучение влияния условий получения порошков  $ZrO_2$  на их фазовый состав [1]. Исследования способов получения ультрадисперсных порошков  $ZrO_2$  для производства материалов медицинского назначения в последние годы привлекает особенное внимание, так как возросла потребность в высокопрочных мелкозернистых керамических материалах [2]. Среди множества методов получения нанопорошков “мокрые методы” синтеза являются наиболее

экономически и экологически приемлемыми и доступными для технологического воплощения. Ранее [3] мы сообщали о модифицированном золь-гель методе получения ультрадисперсных порошков оксидов металлов. В настоящем сообщении приведены результаты исследования влияния природы стабилизатора золя и температуры прокаливания геля на фазовый состав и дисперсность, что в дальнейшем будет необходимо для оценки термодинамических условий фазового перехода, характерного для модификаций  $ZrO_2$ .

В качестве источника циркония использовали хлорид цирконила, который растворяли в деионизованной воде. Моноэтаноламин (МЭА) или тетраэтиламмоний гидроксид (ТЭАГ) использовали в качестве стабилизаторов (Ст) золь при мольном отношении Ст/Zr, равном 1. Термообработку полученных гелей проводили при 500-800°C. Получена серия ультрадисперсных порошков  $ZrO_2$ , которые были охарактеризованы с помощью рентгеновской дифракции, адсорбции-десорбции  $N_2$  и ПЭМ.

Установлено, что при использовании в синтезе ТЭАГ прокаливание геля-интермедиата при 500°C приводит к формированию только тетрагональной модификации (tP6) со средним размером кристаллитов 8 нм, по данным рентгеновской дифракции. Порошок  $ZrO_2$ , полученный с использованием МЭА и прокаленный при 500°C, представлял собой смесь тетрагональной и моноклинной модификаций с весовым отношением tP6/mP12 = 26/74, средним размером частиц 9 нм и удельной поверхностью 70 м<sup>2</sup>/г.

Интересно, что при повышении температуры прокаливания до 600 и 800°C (1 ч) переход метастабильной модификации tP6 в mP12 происходит с разной интенсивностью в порошках, полученных с использованием различных стабилизаторов золя, хотя укрупнение частиц происходит практически одинаково: до 12-14 и 25-27 нм, соответственно. Показано, что в однофазном  $ZrO_2$  при 800°C переход tP6→mP12 затрагивает 64 вес.%, тогда как в двухфазном  $ZrO_2$  при той же температуре модификация mP12 составляла 94 вес.%. Таким образом, экспериментально показано, что используя ТЭАГ для стабилизации золя, можно получать ультрадисперсные порошки тетрагонального  $ZrO_2$  с повышенной термостабильностью.

*Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 13-03-00-350 и 12-08-31052 мол\_a.*

[1] V. Santos, M.Zeni, C.P. Bergmann, J.M. Hohemberger. Correlation between thermal treatment and tetragonal/monoclinic nanostructured zirconia powder obtained by sol-gel process. Rev. Adv. Mater. Sci. 17 (2008), p.62-70

[2] J. Chevalier, L. Gremillard, A.V. Virkar, D.R. Clarke. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J. Am. Ceram. Soc.*, 92 [9] (2009), p. 1901-1920

[3] E.A. Trusova, K.V. Vokhmintcev, I.V. Zagainov. Wet-chemistry processing of powdery raw materials for high-tech ceramics. *Nanoscale Research Letters*. 2012, V.7, p. 58.

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

### ПРИМЕНЕНИЕ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПЕНОПОЛИУРЕТАНА И НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИОСОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФФУЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ

Архипова В.В., Апяри В.В., Удалова А.Ю., Кочук Е.В.,  
Толмачева В.В., Дмитриенко С.Г.  
МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва  
e-mail: [apyari@mail.ru](mailto:apyari@mail.ru)

Наночастицы золота привлекают в последнее время внимание многих исследователей. Их уникальные оптические свойства обусловлены явлением поверхностного плазмонного резонанса (ППР), которое проявляется в возникновении интенсивной полосы поглощения в видимой области спектра. Резкое изменение положения этой полосы и ее амплитуды в присутствии веществ, вызывающих агрегацию наночастиц, возможность функционализации поверхности наночастиц различными по своей природе и химическим свойствам модификаторами и относительная простота получения позволяют рассматривать наночастицы золота как своеобразные хромофорные реагенты для определения веществ, вызывающих агрегацию.

В настоящей работе предложен новый композитный материал на основе пенополиуретана и наночастиц золота (ППУ/Au) в качестве твердофазного реагента для определения тиосоединений методом спектроскопии диффузного отражения. Этот материал достаточно просто получить сорбционным способом, помещая таблетки пенополиуретана в раствор наночастиц золота и встряхивая сосуд на механическом шейкере, с последующим отделением окрашенных таблеток от раствора и высушиванием фильтровальной бумагой. Найдены оптимальные условия получения ППУ/Au, изучены его спектральные характеристики. Сорбция протекает количественно при pH 5 – 10 за 20 – 30 мин контакта фаз из растворов, содержащих не более 20 мкг/мл наночастиц золота.

При контакте ППУ/Au с подкисленными растворами тиосоединений (цистеина, цистеамина, меркаптопропионовой кислоты) изменяются спектры диффузного отражения образцов, что проявляется в уменьшении полосы ППР индивидуальных наночастиц при 530 нм и возникновении плеча в области 600 – 700 нм, соответствующего их агрегатам. На примере цистеина показано, что агрегация наночастиц в фазе пенополиуретана под воздействием тиосоединений происходит быстрее, чем за минуту. В качестве аналитического сигнала предложено использовать отношение значений функции Кубелки-Мунка при длинах

волн 650 и 530 нм. Установлено, что это соотношение нелинейно связано с концентрацией определяемого соединения в растворе. Рассчитаны метрологические характеристики определения. Предел обнаружения цистеина составляет 0,04 мкг/мл, а относительное стандартное отклонение не превышает 0,1.

Способ апробирован при определении цистеина в растворе для инфузий Перфалган, пивных дрожжах, биологической добавке NAC complex, а также на фоне искусственной мочи. Композитный материал ППУ/Au обладает рядом достоинств, таких как легкость отделения от реакционной смеси, удобство использования в спектроскопии диффузного отражения, простота получения.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 13-03-00100)*

### **ВЯЖУЩИЕ НИЗКОЙ ВОДОПОТРЕБНОСТИ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ПРИРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ**

Гаркави М.С., Минниханова М.Б.

*Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И.*

*Носова, Магнитогорск*

*mgarkavi@mail.ru, onix-91-margarita@yandex.ru*

Вяжущие низкой водопотребности (ВНВ) представляют собой высокопрочное гидравлическое вяжущие, получаемые при совместном помоле портландцементного клинкера, гипсового камня и водоредуцирующей добавки. Осуществление помола в центробежно-ударной мельнице, которая является энергонапряженным аппаратом, обеспечивает механохимическое взаимодействие минералов цементного клинкера с добавкой. В результате этого процесса ВНВ приобретает специфичные свойства, отличающие его от обычного портландцемента.

Особый интерес представляет исследование ВНВ, модифицированных природными нанотрубками, например гидросиликатами магния. Наиболее перспективным является использование коротковолокнистого наноразмерного хризотила, получаемого при обогащении хризотиловой руды в центробежно-ударных измельчителях.

Электрофизическое исследование процесса твердения ВНВ с добавкой хризотила (не более 0,25% массы цемента) показало существенное изменение характера твердения исследуемой системы. В твердеющей системе возрастает количество свободных носителей заряда, что обусловлено большим количеством поверхностных активных центров на поверхности частиц хризотила. На этих центрах осуществляется диссоциативная адсорбция молекул воды, в результате чего происходит

ускорение процесса гидратации и формирования структуры цементного камня, а также возрастание его прочности.

Проведенные исследования показали, что ведение в ВНВ в качестве модификатора природных нанотрубок способствует уплотнению структуры искусственного камня и повышению его физико-технических и эксплуатационных характеристик.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ОКСИДНЫХ СИСТЕМ СОСТАВА Fe- Ni и Cu- Ni**

Голушкова Е.Б., Ильин А.П.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск  
egol74@mail.ru*

В настоящее время проблема нефтеочистки от соединений серы и азота является весьма актуальной. В работе изучены композиционные оксидные системы на основе нанопорошков для извлечения гетероатомных соединений из нефти путем избирательной адсорбции.

Цель работы – исследование термической устойчивости оксидных систем Fe-Ni и Cu-Ni и их сорбционной способности. Нагрев композиционных материалов до 1000 °С являлся подготовкой изучаемых систем к сорбции нефтяных компонентов.

При нагревании образца на основе меди до 1000 °С на поверхности частиц формируется фазы оксидов CuO и Cu<sub>2</sub>O, но полного окисления меди не происходит. После смешивания с нефтью и последующего нагревания до 400 °С с его поверхности удаляются углеводороды. При дальнейшем нагревании до 750° С наблюдается небольшое уменьшение массы, а выше - интенсивное разложение остатков нефтяных компонентов (1 мас. %).

При нагревании образца на основе железа до 1000 °С происходит его стабилизация в виде аморфных фаз оксидов. После смешивания с нефтью и последующего нагревания процесс уменьшения массы протекает в несколько стадий, на двух из которых заканчиваются процессы разложения сорбированных нефтяных компонентов. Следует полагать, что в процессе разложения на этих стадиях участвуют более устойчивые к нагреванию гетероатомные структуры (15 мас.%).

*Исследования выполнены при финансовом обеспечении Гранта BP EXPLORATION OPERATING COMPANY LIMITED.*

## ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ПОГЛОЩАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ КОМПОЗИТОВ С НАПОЛНИТЕЛЯМИ ИЗ НАНОПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА И ОКСИДА СВИНЦА

Гульбин В.Н.<sup>1</sup>, Петрунин В.Ф.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ОАО «ИМЦ Концерна «Вега», Москва

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва  
gulbin@imc-vega.ru, vfpetrunin@mephi.ru

С целью разработки способов получения радиационно-защитных нанокomпозитов, изготовления нанопорошков для них и расчета поглощающей способности ионизирующих излучений нанокomпозитами с наполнителями из нанопорошков вольфрама и оксида свинца разработаны: а) расчетная методика определения коэффициентов поглощения нейтронного и гамма излучений; б) физико-химические основы метода получения нанокристаллических порошков оксидов, а также получены экспериментальные зависимости поглощения рентгеновского излучения нанокomпозитов на основе нанокристаллических порошков оксидов.

В результате разработки расчетной методики определения коэффициента поглощения гамма излучения получено выражение для определения коэффициента  $\beta$  (формула 1), показывающего во сколько раз увеличивается ослабление пучка рентгеновского излучения после прохождения через наноматериал по сравнению с крупнокристаллическим одинаковой массовой толщины:

$$\beta = 1 + \frac{[\langle \theta_s^2 \rangle + \langle \varphi_s^2 \rangle]}{2} K_{нозл} z^2 \quad [1]; \quad n(x) = \frac{qL}{2D} \exp\left(-\frac{x}{L}\right) \quad [2]$$

Качественный анализ зависимости  $n(x)$  (формула 2) для ослабления нейтронного излучения при прохождении через композит показывает: поскольку средний косинус угла когерентного рассеяния уменьшается с увеличением размера частиц, и функция интенсивности прошедшего нейтронного излучения убывает с ростом косинуса, то возрастает она и с уменьшением размера частиц.

Для изготовления нанопорошков разработан метод химического синтеза нанокристаллических порошков оксидов металлов, основанный на термическом разложении прекурсоров из предварительно синтезированных гидроксидов. Получение порошков нановольфрама осуществлялось методом электрического взрыва проводника и методом термо-механохимического синтеза, разработанным в ИМет РАН. Получение радиационно-защитных нанокomпозитов на полимерной

основе осуществляли методом механического перемешивания компонентов.

В результате экспериментального исследования по определению поглощающей способности композитов с наполнителями из нанопорошков вольфрама и оксида свинца получены экспериментальные зависимости, которые хорошо коррелируются с результатами предварительного расчета, хотя кратность ослабления превышает расчетные значения, что ожидалось, так как при расчете не учитывалась реальная форма наночастиц и он является оценкой поглощающей способности нанопорошков снизу. Сравнительный анализ полученных зависимостей для нанокристаллического (размер кристаллитов 20 нм, средний размер частиц 83 нм) и крупнокристаллического (более 100 нм) состояния материала наполнителя показал, что экспериментальная зависимость ослабления находится под теоретической кривой (табличными значениями) и кривой значений, полученной в предварительном расчете.

На основании проведенных расчетов и экспериментальных данных можно сделать вывод, что для получения высокоэффективного радиационно-защитного композиционного материала следует использовать наноразмерные и нанокристаллические порошки тяжелых металлов и их соединений с размером неоднородностей (частиц и кристаллитов) в интервале 10 – 40 нм.

## **ОСОБЕННОСТИ ВЫСОКОГРАДИЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЙ В МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ ПОРОШКАХ МЕТАЛЛОВ И МЕХАНОКОМПОЗИТАХ НА ИХ ОСНОВЕ**

Дитенберг И.А.<sup>1,2</sup>, Тюменцев А.Н.<sup>1,2,3</sup>, Денисов К.И.<sup>1,3</sup>,  
Пинжин Ю.П.<sup>1,3</sup>, Корчагин М.А.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

<sup>2</sup>Сибирский физико-технический институт, Томск

<sup>3</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
Томск

<sup>4</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск  
ditenberg\_i@mail.ru

Проведено обобщение результатов исследования особенностей формирования высокоградиентных наноструктурных состояний и изменения уровня прочностных свойств порошков чистых металлов (Cu, Ta, Nb) и механокомпозитов на их основе (Cu-Al, Nb-Al, Ti-Al) в зависимости от продолжительности механической активации (МА) в эргодонапряженной планетарной шаровой мельнице.

Установлено, что в процессе МА во всех изученных в работе материалах формируются структурные состояния двухуровневого типа: субмикро и нанозерна размерами от 50 до 200 нм, содержащие субзерна размерами от 5 до 20 нм с малоугловыми границами разориентации и упругой кривизной кристаллической решетки ( $\chi_{ij}$ ) от нескольких десятков до нескольких сотен градусов на микрон. Показано, что эти состояния различаются параметрами зеренно-субзеренной структуры и значениями кривизны кристаллической решетки в зависимости от релаксационной способности и прочности материалов.

Проведен анализ особенностей формирования высокодефектных структурных состояний в зависимости от значений кривизны кристаллической решетки и характерных размеров зон ее обнаружения. Показано, что важным свойством нанообъектов является способность к формированию структурных состояний с высокими значениями упругой кривизны кристаллической решетки, ее градиентов и градиентов локальных внутренних напряжений при относительно невысоких абсолютных величинах этих напряжений. Предполагается, что формирование этих состояний является эффективным способом значительного увеличения запасенной энергии деформации и играет важную роль в явлениях аномального массопереноса и механического легирования.

Показано, что механическая активация обеспечивает существенный рост прочностных характеристик (микротвердость), которые сопоставимы или превышают параметры, достигаемые при больших пластических деформациях кручением на наковальнях Бриджмена.

Обсуждаются механизмы формирования и эволюции структурных состояний в условиях механической активации в зависимости от исходных и приобретаемых при обработке прочностных и релаксационных характеристик порошков и смесей на их основе. В качестве одного из основных механизмов формирования двухуровневой структуры рассматривается квазивязкий механизм фрагментации и переориентации кристалла потоками неравновесных точечных дефектов в полях градиентов диагональных компонент тензора напряжений.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке междисциплинарного интеграционного проекта фундаментальных исследований СО РАН № 72, гранта РФФИ № 12-02-31163 мол а и гранта Минобрнауки РФ № 14.132.21.1415 по ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России». Исследования проведены на оборудовании Томского материаловедческого центра коллективного пользования ТГУ и центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН.*

## КОНЦЕПЦИЯ СТРОЕНИЯ НАНОКОМПОЗИЦИЙ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ ИЗДЕЛИЙ

Бабкин О.Э., Ильина В.В., Михайлов В.Н., Тимофеева М.Л.

*Санкт-Петербургский государственный университет кино и телевидения,  
Санкт-Петербург*

*obabkin@rambler.ru, ilina-victory@yandex.ru*

Современные системы трехмерного компьютерного проектирования позволяют значительно сократить время на разработку и конструирование новых деталей, машин и оборудования. Однако изготовление первого материального объекта сложной формы требует значительных затрат времени и средств на формирование объекта методами удаления материала. Более прогрессивным методом является лазерная стереолитография – послойное формирование трехмерного объекта по его компьютерному образцу.

Аналогом компьютерной модели может служить восстановленное голографическое изображение прототипируемого объекта, спроецированное в объем фотополимеризующейся композиции. Созданные по такой технологии модели могут использоваться в разных областях производства и научных исследований:

- конструкторские прототипы при создании макетов и сборок;
- формообразующая оснастка для различных видов точного литья;
- мастер-модели в изготовлении гальванопластикой инструментов для электроэрозионной обработки;
- биосовместимые импланты;
- восстановление объектов для медицины, криминалистики, археологии.

Основой процесса является изменение фазового состояния полимерной композиции под действием ультрафиолетового излучения (УФ-излучения) в результате реакции полимеризации. Жидкая композиция переходит в твердое состояние за короткий промежуток времени.

Требования к УФ-отверждаемой композиции:

- отверждение в восстановленном голограммой изображении прототипируемого объекта;
- минимальная усадка в процессе отверждения (в идеале 0%);
- селективность процесса отверждения – отсутствие процесса фотоотверждения композиции на участках фонового воздействия УФ-излучения (где интенсивность излучения ниже на один-два порядка);
- низкая вязкость композиции (не более 1 Па·с)

В работе представлено обоснование рецептурного строения нанокompозиции для получения объемных изделий под воздействием излучения восстановленного голограммой изображения объекта.

Основным итогом работы стало обоснование зависимости реакционной способности композиции и основных эксплуатационных характеристик готового изделия от состава композиции и функциональности используемых мономеров.

### **ПОЛУЧЕНИЕ И АПРОБАЦИЯ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ ЛИТЫХ АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ**

Калашников И.Е., Болотова Л.К., Чернышова Т.А.

*Институт металлургии и материаловедения им.А.А. Байкова РАН, Москва  
kalash2605@mail.ru*

Одним из перспективных направлений развития нанотехнологий объемных металлических материалов является синтез металломатричных композиционных материалов (КМ) с использованием наноразмерных тугоплавких порошков в качестве компонентов полиармирования или модификаторов, изменяющих их структуру и механические свойства. Влияние наноразмерных добавок может быть прослежено на примере изменения структуры КМ, полученных в жидкофазном процессе в результате экзотермических реакций in-situ. Химические реакции in-situ между алюминиевыми расплавами и реакционно активными металлическими порошками формируют в матрице интерметаллидные армирующие фазы, термодинамически стабильные, не имеющие загрязнений на поверхности, с лучшими межфазными свойствами (смачиваемостью). В присутствии наноразмерных тугоплавких частиц может происходить измельчение интерметаллидных фаз, изменение фазового состава, дисперсности структуры и свойств КМ. Как правило, для получения КМ, используемых в технике, применяются промышленные высоколегированные алюминиевые сплавы, обладающие высокими прочностными и служебными свойствами. С целью дальнейшего повышения свойств материалов на основе этих сплавов применяют их армирование высокопрочными тугоплавкими частицами и получают КМ на их основе. Такие материалы могут быть рекомендованы для использования в промышленных целях. Однако, на таких материалах из-за многокомпонентности их структуры невозможно проследить влияние малых долей наноразмерных модификаторов и детально металлографически продемонстрировать эволюцию структуры материала. Целью исследований являлось определение влияния

наноразмерных порошков различной природы на структуру модельных сплавов содержащих чистый алюминий и интерметаллидные фазы, сформированные в реакциях in-situ и применение выявленных тенденций при разработке КМ специального назначения на основе промышленных сплавов.

В результате выполнения поставленных задач установлены механизмы и закономерности фазовых превращений на различных стадиях формирования наноструктурированных металлматричных КМ, что позволило разработать технологию их получения, обосновать выбор состава модификаторов, лигатур, легирования сплавов основы.

На основе полученных результатов проведена апробация КМ с интерметаллидным упрочнением и полиармированием в присутствии наноразмерных модификаторов в узлах трения электрических центробежных насосов предприятия - изготовителя "ПК Борец" (Центр разработки нефтедобывающего оборудования). В качестве матричного сплава выбран промышленный сплав АК12М2МгН (ГОСТ 1583-93), обладающий высокими механическими свойствами ( $\sigma_b$ -186 МПа,  $\delta$ -0,5%, твердость - 90 НВ). Для модифицирования сплава применяли порошки TiCN размером 30нм. Втулки подшипника для пар трения изготавливали из литых заготовок КМ, а защитные втулки - из твердого сплава ВК8.

Проведены стендовые испытания втулок в три этапа: 1 – в имитате пластовой жидкости + сжатый воздух; 2 – в 100% H<sub>2</sub>O; 3 – в смеси H<sub>2</sub>O+сжатый воздух. Результаты испытаний по определению интенсивности износа радиальных пар трения из КМ и результаты замера величины шероховатости на рабочей поверхности в зоне трения втулки подшипника после всех этапов испытаний на стенде СТИЗ-1 предприятия - изготовителя "ПК Борец" показали, что все радиальные пары трения выдержали испытания на износостойкость по методике «МИВ-1» при удельном радиальном давлении 100 Н/см<sup>2</sup>.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №11-08-00258-а и ИШ-854.2012.3.*

## **НАНОГЕТЕРОГЕННЫЕ СИСТЕМЫ ФЕРРОМАГНЕТИК-ДИЭЛЕКТРИК И ФЕРРОМАГНЕТИК-ПОЛУПРОВОДНИК**

**Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Стогней О.В.**

*Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
Kalinin48@mail.ru*

В работе представлен анализ экспериментальных данных по исследованию транспортных явлений (электропроводности, термо-эдс,

магнитосопротивления) и магнитных свойств гетерогенных наносистем (нанокompозитов, многослойных структур) ферромагнетик-диэлектрик, ферроиагнетик-полупроводник, полученных авторами. Анализ температурных зависимостей транспортных явлений в области низких и умеренных температур позволил установить, что до порога протекания в исследуемых системах реализуются различные механизмы переноса носителей заряда:

1. Прыжковая проводимость по локализованным состояниям вблизи уровня Ферми с переменной длиной прыжка (модель Мотта).
2. Неупругое туннелирование электронов между гранулами через локализованные состояния.
3. Упругое туннелирование электронов между гранулами через диэлектрический барьер.
4. Термоактивированная прыжковая проводимость между ближайшими соседними состояниями или неупругое туннелирование между гранулами по всему объему диэлектрической матрицы.

В композитах за порогом протекания удельное электрическое сопротивление определяется лабиринтной структурой проводящих каналов из металлических гранул и может иметь температурную зависимость с температурным коэффициентом сопротивления близким к нулю.

Магнитосопротивления (МС) в композитах 3d-ферромагнетик-диэлектрик коррелирует с плотностью состояний на уровне Ферми металлической фазы  $g(E_F)$ : максимум МС выше у композитов, имеющих большее значение величины  $\{g(E_F)\}$ . Аналогичная корреляция наблюдается и между максимальными значениями магнитосопротивления и магнитострикции насыщения (т.е. величиной деформации ферромагнитного материала в насыщающем магнитном поле) металлической фазы, из которой сформированы гранулы. При увеличении значений магнитострикции насыщения ферромагнитных включений, обусловленном изменением элементного состава гранул от CoNbTa к CoFeV и далее к CoFeZr, магнитосопротивление линейно возрастает. Наблюдаемые корреляции между магнитострикцией насыщения ферромагнитной фазы и максимальными значениями магнитосопротивления связываются с возрастанием вклада d-электронов в спин-зависимое туннелирование при последовательном изменении материала гранул: CoNbTa  $\rightarrow$  CoFeV  $\rightarrow$  CoFeZr. Характерной особенностью для исследованных нанокompозитов за порогом протекания является также зависимость термоэдс от плотности состояний на уровне Ферми: величина диффузионной термоэдс растет в нанокompозитах с гранулами CoNbTa  $\rightarrow$  CoFeV  $\rightarrow$  CoFeZr. Если в нанокompозитах

существует локальная анизотропность, то помимо обычного отрицательного магнитосопротивления, может наблюдаться и положительное магнитосопротивление (например, в нанокompозитах с гранулами из кобальта) более высокое по сравнению с положительным магнитосопротивлением гомогенных металлов. Такое поведение связывается с наличием в структуре композитов, расположенных вблизи порога протекания, нанокластеров, которые имеют различную по величине магнитную анизотропию.

Нанокompозиты ферромагнетик-диэлектрик до порога протекания проявляют свойства суперпарамагнетика, а за порогом протекания – ферромагнетика.

В многослойных структурах суперпарамагнетик-полупроводник при толщине полупроводниковой прослойки, когда островковая пленка превращается в сплошную, наблюдается переход гетерогенной системы от суперпарамагнитного состояния к ферромагнитному упорядочению, электрическая проводимость возрастает на несколько порядков, а магнитосопротивление падает до нуля.

## **АКТИВАЦИЯ КАТАЛИТИЧЕСКИХ И СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПРИ ДОПИРОВАНИИ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ**

Жукалин Д.А.<sup>1</sup>, Куликов Д.Г.<sup>1</sup>, Битюцкая Л.А.<sup>1</sup>, Богатиков Е.В.<sup>1</sup>,  
Анисимов М.В.<sup>2</sup>, Новикова Л.А.<sup>2</sup>, Бельчинская Л.И.<sup>2</sup>, Реснер Ф.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Воронежская государственная лесотехническая академия, Воронеж

<sup>3</sup>Ольденбургский университет им. К. Осетцкого, Ольденбург, Германия

144@phys.vsu.ru

Для контроля токсикантов в качестве рабочего вещества сенсора большой интерес представляют природные наноматериалы, такие как цеолиты и глинистые вещества. Эти материалы являются технологически доступными и эффективными сорбентами и катализаторами. Для активации сорбционных и каталитических свойств природных наноматериалов используются различные виды обработок, включая химические методы, воздействие электромагнитных полей. В последнее время для усиления каталитической активности биологических, органических, неорганических веществ, используется допирование углеродными нанотрубками. В настоящей работе представлены результаты по получению и исследованию морфологии структуры, сорбционных и каталитических свойств гибридных наноматериалов допированных УНТ. В качестве исходных веществ использованы

природные наноматериалы: клиноптилолит, монтмориллонит, глюкокит, нонтронит; а также синтезированные гидротермальным методом клиноптилолит и ZSM-5. Допирование производилось двумя методами: 1) смешиванием коллоидных растворов природных материалов и взвеси УНТ с последующим испарением диспергирующей среды; 2) добавкой коллоидной взвеси УНТ в реакционную смесь при автоклавном синтезе. При изучении морфологии и структуры полученных гибридных наноматериалов обнаружено образование нового типа структурных единиц, имеющих фрактальную морфологию. Для определения типа и количества активных центров на поверхности катализатора использовался метод тестовой каталитической реакции конверсии метилбутинола. Сравнительный анализ кривых каталитической активности для всей группы исследованных веществ показал, что добавки УНТ является модифицирующим агентом, изменяющим структуру и каталитическую активность. При образовании гибридных материалов допированных УНТ, число активных центров может возрасти (клиноптилолит, глюкокит), уменьшаться (нонтронит), оставаться неизменной (монтмориллонит). Для интерпретации полученных результатов предложена зарядовая модель формирования гибридных материалов допированных УНТ.

*Работа выполнена при поддержке проекта ECONANOSORB 7FP EU*

## **ПОЛУЧЕНИЕ МАЛЫХ НАНОЧАСТИЦ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ, РАЗМЕЩЕННЫХ ВО ФТОРУГЛЕРОДНОЙ МАТРИЦЕ, И НАНОЧАСТИЦ СМЕШАННОГО СОСТАВА**

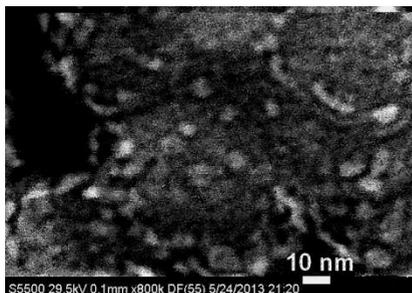
Курявый В.Г.

*Институт химии ДВО РАН, Владивосток*

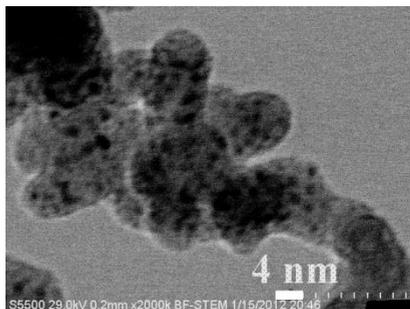
*kvg@ich.dvo.ru*

Известно, что за наночастицы принимаются частицы размерами менее 100 нм. Особый интерес для нанотехнологий и фундаментальной науки представляет получение наночастиц, имеющих поперечные размеры в единицы нанометров и изучение их свойств. В данной работе сообщается о получении таких наночастиц оксидов и фторидов металлов расположенных в матрице фторуглеродных наночастиц. Для создания такого композита использовался метод совместной деструкции в плазме импульсного высоковольтного разряда металлических электродов и фторопласта. При определенных условиях эксперимента, в ходе совместной деструкции фторопласт разрушается до составляющих его наночастиц. Наночастицы теряют значительную часть фтора (от 30% до 90%). Вещество электродов переходит в плазму, окисляется либо

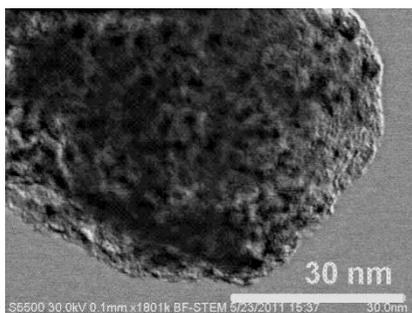
фторируется и внедряется в матрицу наночастиц в виде наночастиц с поперечными размерами, достигающими менее 3 нм.



Наночастицы оксифторида титана на наночастице. ПЭМ данные (темное поле).



Наночастицы фторида алюминия в наночастице. ПЭМ данные (светлое поле).



Нанокристаллит в состав которого входят элементы С, F, O, Fe, Cr, Ni. ПЭМ данные (светлое поле).

Получено заполнение наночастицами, содержащими вольфрам и молибден, титан, алюминий, железо. При использовании углеродных электродов сформированы нанокластеры на основе углерода, размерами менее 5 нм. Строение и состав полученных образцов изучены методами высокоразрешающей сканирующей электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, локальной энергодисперсионной спектроскопии, рентгеноэлектронной спектроскопии.

Манипулирование свойствами наночастиц может быть реализовано в случаях создания их различного смешанного состава. В данной работе сообщается о получении наночастиц, содержащих одновременно соединения разных металлов (железа, хрома, никеля, титана). Такие наночастицы образуются при совместной деструкции в плазме импульсного высоковольтного разряда фторопласта и электродов, состоящих из различных сплавов, а так же, при использовании противоположно расположенных электродов, имеющих разный состав.

## ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ Г13п

Еремеева Ж.В., Жердицкая Н.Н., Михеев Г.В.

*НИТУ «МИСиС», Москва*

*Южно-российский государственный технический университет,*

*Новочеркасск*

*eremeeva-shanna@ya.ru*

Свойства порошковых сталей определяются процессами структурообразования на всех этапах их производства. В настоящей работе рассмотрено влияние технологических факторов горячей штамповки (ГШ) на структурообразование порошковой аустенитной стали Г13п. Изучение структурообразования порошковой стали Г13п представляет не только самостоятельный интерес, но и позволяет адекватно описать высокотемпературное строение аустенита и его влияние на кинетику мартенситного превращения и структуру мартенсита углеродистых порошковых сталей, поскольку уплотнение и деформационное упрочнение порошковых сталей, как и монолитных, происходят в аустенитной фазе.

Определяли влияние следующих технологических факторов: исходной пористости, полученной после спекания; гранулометрического состава компонентов шихты; количества неметаллических включений; температуры и степени деформации, а также скорости деформации.

Для исследования процесса уплотнения порошкового материала проводили ГШ пористых спеченных заготовок цилиндрической формы с различной исходной пористостью. Температура ГШ составляла 1200°С, исходную пористость варьировали от 15 до 40 %, остаточную пористость получали соответственно от 1 – 2 % до 15 – 20 % при постоянной работе уплотнения  $W = 150$  МДж/м<sup>3</sup>. Чтобы предотвратить рекристаллизационные процессы после ГШ, образцы немедленно охлаждали в воде (технически обусловленная пауза составляла 5 с).

Исходная пористость порошковых материалов вносит определенные особенности в протекание пластической деформации, в частности важная роль в этом механизме может быть отведена зернограничному проскальзыванию (ЗГП), особенно на первых этапах уплотнения. При условии благоприятной ориентировки зерен относительно действующих напряжений и наличии исходной пористости возможно легкое ЗГП, при этом невысокая степень деформации ( $\epsilon_m = 12 - 18$  %) может обеспечить сохранение недеформированных объемов и после ГШ за счет истинного ЗГП.

Существенное влияние на формирование структуры стали оказывает гранулометрический состав. Введение наноразмерных углеродных волокон в состав составляющих компонентов шихты обеспечивают получение гомогенной структуры и высоких свойств стали. Использование мелкодисперсного порошка ферромарганца, просеянного через сито 0071, ламповой сажи и мелкого железного порошка приводит к значительному повышению гомогенности структуры по сравнению с более крупным порошком ферромарганца. В последнем случае возможно появление скоплений карбидов из-за неравномерной растворимости ферромарганца и углерода при спекании. Качественный микрорентгеноспектральный анализ показал повышение содержания *Mn* в области карбидов почти в два раза по сравнению с аустенитной матрицей Г13.

### ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ И СВОЙСТВ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Носкова Н.И.<sup>1</sup>, Чурбаев Р.В.<sup>1</sup>, Земнухова Л.А.<sup>2</sup>, Филиппов Ю.И.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт химии ДВО РАН, Владивосток

*noskova@imp.uran.ru*

Разработана нанотехнология получения слоистых композитных нанокристаллических сплавов  $Al - Si$ ,  $Al(1Hf + 0.2Nb + 0.2Sn)Si$ ,  $Al(0.5Ce + 0.5Re + 0.1Zr)Si$  (вес.%) и  $Ti - Si$  с использованием в качестве исходных материалов субмикрористаллического чистого алюминия (средний размер зерен 150 нм) и нанокристаллических сплавов алюминия, а также - титана (средний размер нанозерен 50 нм) и смесь наноразмерного порошка (средний размер частиц 30 нм) кремния. В работе кремний получали восстановлением с помощью магния аморфного диоксида кремния [1]. Электронно-микроскопическое исследование на просвет обнаружило в наноразмерном порошке кремния немногочисленные нанотрубки чистого кремния (диаметром 3 нм, длиной до 40 нм). Металлической основой композитов служили: субмикрористаллический чистый алюминий, нанокристаллический сплав  $Al(1Hf + 0.2Nb + 0.2Sn)Si$ , нанокристаллический сплав  $Al(0.5Ce + 0.5Re + 0.1Zr)Si$  (вес.%) и чистый нанокристаллический титан. Для получения нанокристаллических слоистых композитов оказалось полезным совмещение двух методов: метод получения тонкой

нанокристаллической фольги материала [2-3] и метод интенсивной пластической деформации сдвигом под высоким давлением (получение компакта). Предварительно полученные тонкие фольги (толщиной 0,3 мм) с прокладками из тонких слоев наноразмерного порошка  $Si$  (в соотношении 96:4 вес.%), подвергались высокому давлению, а затем - интенсивной деформации сдвигом под высоким давлением ( $P = 5$  ГПа, 2 полных оборота наковальной Бриджмэна), что приводило к получению компактного композита.

Электронно-микроскопическое исследование структуры двухслойных композитов  $Al - Si$ , а также - энергетические спектры электронов, полученные при сканировании поперечного сечения композита  $Ti - Si$ , показали, что во всех случаях реализуется наноструктурное композитное состояние (содержание  $Si$  изменяется от поверхности до середины поперечного сечения от 0,05 до 2,5 вес.%) В средней части сечения наблюдаются структурные ламели, в границах которых сосредоточены наночастицы кремния [3]. Микротвердость в композите  $Al - Si$  или из сплава  $Al - Si$  по сравнению с субмикрокристаллическим алюминием или его нанокристаллическими сплавами увеличилась от 3 до 5 раз, соответственно. В нанокристаллическом композите  $Ti - Si$ , микротвердость по сравнению с чистым нанокристаллическим титаном увеличилась почти в шесть раз. Увеличение количества слоев (до 30) в композитах существенно не изменило уровня микротвердости.

[1] Л.А.Земнухова, Г.А.Федорищева, А.Г.Егоров и др. ЖПХ, 2005 т.78, с. 324-328.

[2] Н.И. Носкова, Р.В.Чурбаев, Н.Ф.Вильданова и др. МиТОМ, 2008, №10, с. 23-26.

[3] Н.И.Носкова, Р.В Чурбаев., Н.Ф Вильданова и др. Тезисы докладов XIX Уральской школы металловедов-термистов. Екатеринбург. 2008, с.194.

**ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ  
НАНОПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ W-Ni-Fe И ПОЛУЧЕНИЕ  
СВЕРХПРОЧНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ ТЯЖЕЛЫХ  
ВОЛЬФРАМОВЫХ СПЛАВОВ**

Чувильдеев В.Н.<sup>1</sup>, Нохрин А.В.<sup>1</sup>, Болдин М.С.<sup>1</sup>, Сахаров Н.В.<sup>1</sup>,  
Москвичева А.В.<sup>1</sup>, Шотин С.В.<sup>1</sup>, Лопатин Ю.Г.<sup>1</sup>, Котков Д.Н.<sup>1</sup>,  
Писклов А.В.<sup>1</sup>, Грязнов М.Ю.<sup>2</sup>, Кузин В.Е.<sup>1</sup>, Баранов Г.В.<sup>3</sup>, Белов В.Ю.<sup>3</sup>,  
Благовецкий Ю.В.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Научно-исследовательский физико-технический институт Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород

<sup>2</sup>Институт проблем машиностроения ИИЦ РАН, Нижний Новгород

<sup>3</sup>Российский федеральный ядерный центр, Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Саров

<sup>4</sup>Институт металлургии и материаловедения им.А.А. Байкова РАН, Москва  
nohrin@nifti.unn.ru gryaznov@nifit.unn.ru gleba@inbox.ru  
yuriblag@imet.ac.ru

В работе исследованы механизмы спекания, структура и механические свойства наноструктурированных и ультрамелкозернистых тяжелых вольфрамовых сплавов W-Ni-Fe (ВНЖ). Спекание предварительно спрессованных нано- и ультрадисперсных порошков осуществляли методами свободного (термоактивированного) спекания в водороде и электроимпульсного плазменного спекания («Spark Plasma Sintering») в вакууме.

Порошковые композиции W-Ni-Fe различного состава получали методами низкоэнергетического шарового помола и высокоэнергетической механоактивации с использованием планетарных мельниц с последующим восстановительным отжигом в среде водорода.

Изучено влияние размера частиц вольфрама на оптимальную температуру спекания. Установлено, что зависимость плотности механоактивированных сплавов от температуры нагрева имеет немонотонный характер с максимумом, соответствующим оптимальной температуре спекания. Показано, что увеличение времени механоактивации и ускорения мелющих тел при механоактивации, сопровождающееся уменьшением размера частиц сплава и формированием неравновесных твердых растворов вольфрама в  $\gamma$ -фазе, приводит к снижению оптимальной температуры спекания сплавов.

Проведены исследования влияния режимов механоактивации и спекания на механические свойства (твердость, прочность, пластичность, трещиностойкость), а также параметры динамической прочности и динамической пластичности вольфрамовых сплавов.

Установлено, что методами высокоэнергетического планетарного размола и высокоскоростного электроимпульсного плазменного спекания возможно создание сверхпрочных вольфрамовых сплавов, механические свойства которых существенно превосходят аналогичные свойства стандартных крупнозернистых материалов и их современных аналогов.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант №13-03-01134\_a).*

### **СВЧ-СИНТЕЗ МЕТАЛЛОКЕРАМИКИ С ЗАДАНЫМИ СВОЙСТВАМИ**

**Опарина И.Б., Раваев А.А., Лавров П.Б., Севостьянов М.А.**

*Институт металлургии и материаловедения РАН им. А.А. Байкова, Москва  
ravaev@mrtiran.ru*

При использовании мощного электромагнитного излучения СВЧ-диапазона длин волн получается более плотная керамика с мелкой кристаллической структурой. Это достигается за счет характерного для СВЧ-нагрева распределения температуры внутри образца. В работе проведено исследование влияния физико-химических процессов на формирование керамического покрытия.

Спеченная СВЧ-методом керамика имеет в среднем на 10% более высокую твердость по сравнению с керамикой, спеченной по традиционной технологии. Другой важной характеристикой является адгезия, которая оценивалась методом нагружения на трехточечный изгиб. Группа образцов, спеченных в СВЧ, продемонстрировала лучшие показатели адгезии (порядка 400 МПа).

Керамика и контактный слой металл-керамика были изучены на растровом электронном микроскопе с микроанализатором JED-2300. Проведенный спектральный микроанализ шлифов показал, что элементы достаточно равномерно распределены, отсутствуют провалы интенсивностей за исключением контактного слоя металл-керамика. Керамический слой СВЧ-образцов имеет более равномерное элементное распределение по сравнению с образцами, полученными традиционным методом.

На границе соединения металла с керамикой при рентгеноспектральном исследовании косых шлифов образцов, спеченных в СВЧ-поле, наблюдали четкую границу с повторением конфигурации поверхности таких элементов как Si, O, достаточно точную, но не совсем повторяющую кривую поверхности – Ni, Al, расплывчатую границу – Mo, отсутствие границы Zr. Четкость границы указывает на высокую степень качества контактного слоя.

Существенное отличие по сравнению с образцами, спеченными традиционным способом, является смещение хрома в сторону керамического покрытия (рис.1). Присутствие хрома можно объяснить его диффузией и массопереносом из подложки. Толщина диффузионного слоя Cr, составила 7-10 мкм.

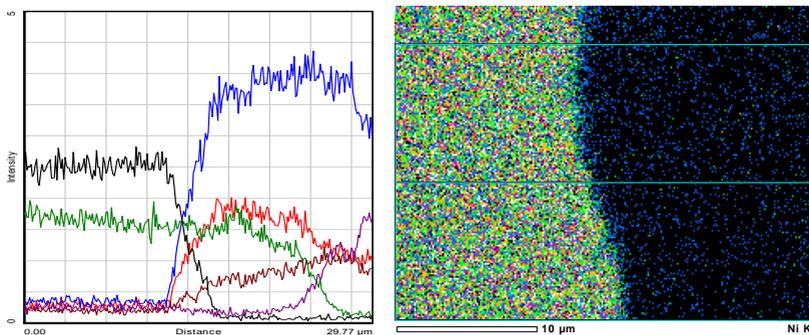


Рис. 1. Распределение элементов на границе Me-Ce образца, спеченного в СВЧ-поле.

Элементы: красный – O, коричневый – Al, синий – Si, зеленый – Cr, черный – Ni. Проведенное исследование показало, что не только твердость, но и адгезия керамики, спеченной СВЧ-методом, значительно выше по сравнению с материалом, спеченным традиционным способом. Зависимость адгезии от метода спекания объясняется, в том числе и накопленными напряжениями в подложке (например, в процессе фрезеровки, пескоструйной обработки и т.п.), которые успевают сняться или остаются и вносят свой вклад. Важным фактором, по-видимому, снижающим адгезию будет служить предварительная обработка подложки.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 11-08-00263-а.*

## СВЧ-СИНТЕЗ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ГРАНУЛЯРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Колпаков В.С., Лавров П.Б., Опарина И.Б., Раваев А.А., Федосов М.А.  
Институт металлургии и материаловедения РАН им. А.А. Байкова, Москва  
ОАО «Московский радиотехнический институт РАН», Москва  
*ibo@bk.ru*

В основе разработанного метода получения гранулярных металлокерамических композиционных материалов с заданными свойствами лежит технология объемного прессования и последующего спекания в поле мощного электромагнитного излучения СВЧ диапазона длин волн. В качестве исходного материала использовались отходы химической промышленности (пиритные огарки) в виде мелкодисперсных порошков. В работе проведен комплексный физико-химический анализ полученного металлокерамического материала.

Материал после СВЧ-спекания представляет собой гранулы цилиндрической формы, диаметром  $1\div 2$  мм (рис. 1). Образцы имеют сильно очерченную морфологию поверхности с крупными и мелкими неравномерными структурными элементами (рис. 2). Гребни расположены в хаотическом порядке без определенной направленности. Имеются небольшие (порядка 10 мкм) включения округлой формы. Микроанализ этих включений выявил большое содержание алюминия.

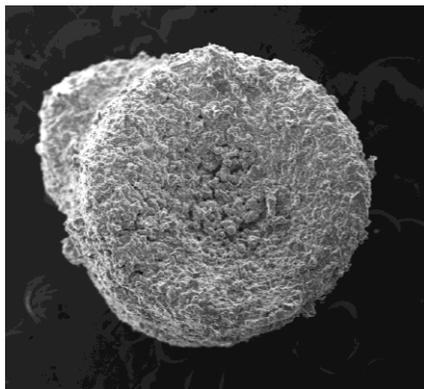


Рис. 1. Внешний вид гранулы

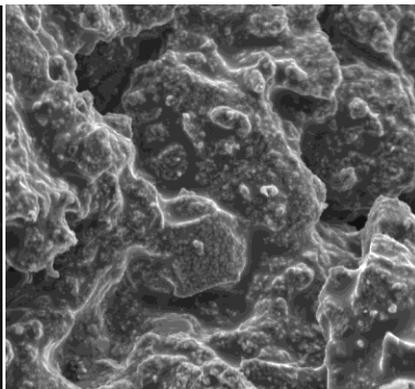


Рис. 2. Структура ее поверхности

Исследование морфологического строения шлифов, а также спектральный анализ был проведен на растровом электронном микроскопе с анализатором JED-2300. Анализ данных показал, что образованы прочные соединения  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  и т.п.

Триботехнические испытания образцов проводились в условиях сухого трения скольжения на установке CETR UMT Multi-Specimen Test System по схеме осевого нагружения: палец (КМ) по диску (контртело) из стали 45 (HRC>63). Диаметр пальца 6,3 мм. Скорость испытания (0,37 м/с). Осевую нагрузку ступенчато увеличивали в пределах от 7 до 23 Н. Время испытаний при каждой нагрузке составляло 10 мин. Сила трения фиксировалась тензодатчиком.

Испытания на трение, показали, что при нагрузке 7Н происходит процесс приработки материала с возрастанием коэффициента трения. Средний коэффициент трения на этом этапе составляет 0,8186. При дальнейшем увеличении нагрузки процесс трения проходит нестабильно, значения средних коэффициентов при 11Н и 15Н составляли 0,9195 и 0,9 соответственно. В конце этапа при нагрузке 15Н происходит стабилизация процесса, что свидетельствует об установившемся механизме изнашивания. В условиях нагрузки 19Н процесс трения протекает стабильно. Увеличение нагрузки до 23Н приводит к явлению задира, отмеченное на диаграмме всплеском значений коэффициента трения. Подобное свидетельствует о смене механизма изнашивания на более жесткий, что подтверждается исследованием поверхности образца, на которой обнаружены фрагменты контртела.

#### *Выводы*

Разработан новый метод синтеза гранулярных металлокерамических композиционных материалов матричного типа на основе мелкодисперсных отходов химической промышленности (пиритных огарков) в поле электромагнитного излучения СВЧ-диапазона длин волн.

### **ТРЕХМЕРНОЕ ФРАКТАЛЬНОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЧАСТИЦ $ZrO_2$ В ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕ**

Колмаков А.Г., Опарина И.Б., Севостьянов М.А., Быков П.А.,  
Жирнов А.Е.

*Институт металлургии и материаловедения им.А.А. Байкова РАН, Москва  
kolmakov@imet.ac.ru*

Для синтеза композиционного материала в качестве матрицы использовался полиметилметакрилат (ПММА), полученный путем полимеризации жидкого мономера. Наполнителем служил порошок двуокиси циркония (стабилизированный церием), который был синтезирован в ИМЕТ РАН. Частицы порошка  $ZrO_2 - CeO_2$  диаметром около 0,4 мкм имели сферическую форму, каждая из которых представляла собой плотные агломераты, образованные множеством наноразмерных

частиц. В качестве контрольных образцов использовали промышленный листовой ПММА марки СО-120.

Исследования структуры образцов выполнялись на инвертированном металлографическом микроскопе Carl Zeiss Axiovert 40 в поляризованном свете. Светопропускание оценивали качественно с использованием лазера красного цвета.

Наблюдаемые частицы  $ZrO_2$  упорядоченным образом выстроены в трехмерные кластерообразные фрактальные структуры в виде дендритов (рис. 1). Размер таких фрактальных образований в среднем составляет 500 мкм. Это свидетельствует о том, что в ходе полимеризации ПММА с  $ZrO_2$  проходили нелинейные процессы их самоорганизации, которые привели к появлению сложной упорядоченной фрактальной структуры частиц в матрице ПММА.

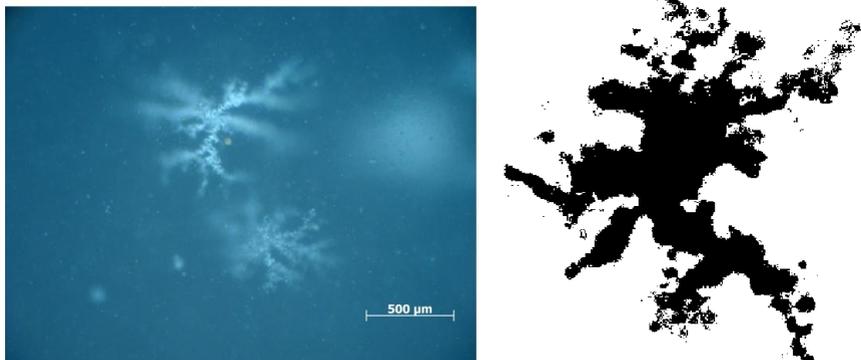


Рис. 1. Микроструктура композита на основе ПММА с 0,1 %  $ZrO_2$ , черно-белое изображение трехмерной кластерообразной фрактальной структуры в виде дендритов для расчета фрактальной размерности

Фрактальная размерность для двумерного варианта ограниченной диффузией агрегации лежит вблизи  $D=1,7$ . Это означает, что масса агрегата возрастает как  $L^{1,7}$ , где  $L$  - линейный размер, а средняя плотность изменяется:  $L^{1,7}/L^2 = L^{-0,3}$ , т.е. убывает, в полном соответствии с внешним видом подобных форм роста. В нашем случае контролирующим фактором ограниченной диффузией агрегации, по аналогии со смачиваемостью и электрическим потенциалом, можно считать смачиваемость частиц  $ZrO_2$  жидким ПММА в процессе полимеризации. Измеренные значения фрактальной размерности трехмерных кластерообразных дендритоподобных структур, образуемых частицами  $ZrO_2$ , также находятся в интервале  $D=1,69-1,74$ , то есть также вблизи значения 1,7.

Обнаружено, что при полимеризации ПММА с добавкой порошков  $ZrO_2$  протекают процессы структурной самоорганизации, приводящей к получению композита со сложной структурой в виде трехмерных дендритных фрактальных образований. Рост таких образований протекает по механизму ограниченной диффузией агрегации.

### **РАЗРАБОТКА РАДИО- И РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ**

Поливкин В.В., Гульбин В.Н., Колпаков Н.С., Александров Ю.К.  
ОАО «Инженерно-маркетинговый центр «Концерн «Вега», Москва  
[polivkin@imc-vega.ru](mailto:polivkin@imc-vega.ru)

Стремительное развитие науки и техники в современную эпоху ведут к широкому использованию различного оборудования, излучающего электромагнитные волны. В результате жизнедеятельности человека уровень электромагнитного излучения (ЭМИ) на нашей планете возрос на несколько порядков. Электромагнитные волны создают электромагнитный смог. Всемирная организация здравоохранения уже определила электромагнитный смог как одну из 4-х главных составляющих при загрязнении окружающей среды. Повышенный уровень ЭМИ приводит к нарушению нормальной физиологии человека. ЭМИ радиочастотного диапазона могут вызывать заболевания нервной, сердечно-сосудистой, дыхательной систем, изменять показатели крови, обмена веществ. При длительном воздействии СВЧ-излучений может произойти помутнение хрусталика глаза, нервно-психические заболевания, генные мутации.

Строительство ускорителей ядерных частиц, применение в медицине плотно ионизирующих излучений, проникновение человека в космос, аварии на атомных предприятиях поставили перед человечеством ряд новых проблем, связанных с защитой обслуживающего персонала и радиоэлектронного оборудования от радиации.

Для снижения уровней электромагнитного и ионизирующего излучений до безопасных значений требуются специальные радио- и радиационно-защитные материалы.

В настоящем докладе представлены результаты разработки и исследования радио- и радиационно-защитных материалов с использованием наноструктурных компонентов для защиты от воздействия электромагнитных и ионизирующих излучений, полученных в Центре «Радиозащита» при ИМЦ Концерн «Вега».

С целью коллективной защиты от ЭМИ разработана углеродсодержащая композиция (УСК), позволяющая придавать радиозащитные свойства строительным и конструкционным материалам – бетону, кирпичу, гипсокартону, различным тепло- и звукоизоляционным материалам. Эта композиция обладает свойством поглощать электромагнитное излучение радиоволнового диапазона при ее непосредственном распределении внутри твердой матрицы, или при нанесении на поверхности строительных и конструкционных материалов, или при нанесении на поверхности наполнителей для радиозащитных материалов. Ослабление мощности ЭМИ при использовании таких материалов в 100-1000 раз и более.

В композиции в качестве радиопоглощающего вещества используется нанодispersный углерод, диспергированный в сложном минеральном растворителе, со средним размером частиц 10-30 нм и удельной поверхностью 160-180 м<sup>2</sup>/г.

Получены радиозащитные полимерные композиты, наполненные углеродными нанотрубками. Во внутренней отделке авиалайнеров полимеры составляют более 40%, поэтому данный полимерный материал может быть повсеместно применен в авиастроении не только как облицовочный материал, но и как радиозащитный композит.

Разработаны алюминий-матричные и полимер-матричные композиты, наполненные наноразмерными порошками нейтроно-поглощающих (В<sub>4</sub>С и BN) и гамма- и рентгено-поглощающих (нановольфрам) материалов. Исследования радиационно-защитных свойств этих композитов показали, что коэффициент ослабления нейтронного излучения равен 2.15-3.0 (при  $J_{\text{нейтр.}}=3.1-4.0 \times 10^{12}$  1/стер·к), а коэффициент рассеяния гамма-излучения достиг 1.30-1.35 (при  $E_{\gamma}=1.33$  мэВ).

Получены полимерные композиты, сочетающие в себе как радио-, так и радиационно-защитные свойства, которые могут найти широкое применение в различных областях техники.

## КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ IN-SITU НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ ПРОВОДНИКОВ НА ОСНОВЕ Cu-Nb, Cu-V и Cu-Fe

Никулин С.А.<sup>1</sup>, Рожнов А.Б.<sup>1</sup>, Рогачев С.О.<sup>1</sup>, Хаткевич В.М.<sup>1</sup>,  
Панцырный В.И.<sup>2</sup>, Хлебова Н.Е.<sup>2</sup>, Нечайкина Т.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>НИТУ«МИСиС», Москва

<sup>2</sup>ООО «Научно-Производственное Предприятие «НАНОЭЛЕКТРО», Москва  
nikulin@misis.ru, csaap@mail.ru

In-situ наноконпозиты - многофазные материалы, в которых упрочняющие фазы формируются в матрице в процессе самого производства композита. Такие материалы, при их использовании в качестве проводников, существенным образом расширяют возможности создания электронных и электротехнических устройств за счет своей высокой прочности и электропроводности. Существует возможность использовать данные наноконпозиты в составе сверхпроводников для их упрочнения.

В бинарных наноконпозитах на основе металлической медной матрицы с добавками ОЦК-металлов упрочняющие фазы, сформированные в результате in-situ процесса и имеющие толщину менее 100 нм, обладают высокой термодинамической стабильностью и хорошей адгезией с матрицей. Ограниченная растворимость ОЦК-металлов в меди позволяет медной матрице сохранять высокую электропроводность, а армирующие волокна ОЦК-металлов обеспечивают высокие прочностные свойства.

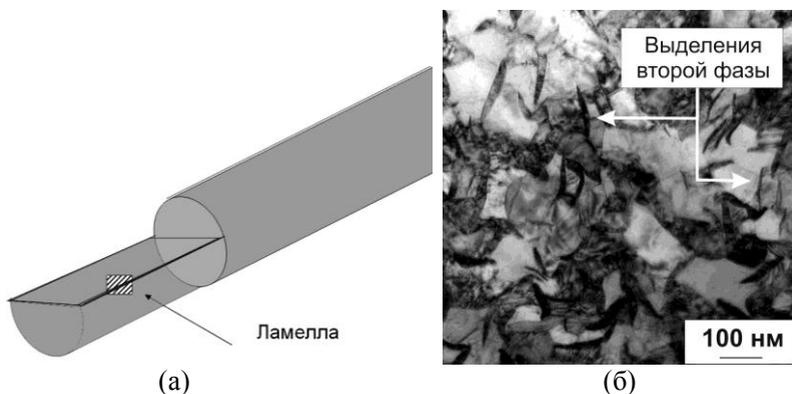


Рисунок 1. Схема вырезки ламеллы (а) и ПЭМ-изображение структуры наноконпозита Cu-Nb в поперечном направлении (б)

Предложена методика пробоподготовки с использованием ионной пушки, позволяющая вырезать тонкие ламеллы из анализируемого материала, проводить анализ микроструктуры методом просвечивающей электронной микроскопии в поперечном сечении тонких (диаметром < 1 мм) проводов. Разработана методика количественного анализа изображений микроструктуры с помощью современного программного обеспечения, позволяющая измерять геометрические параметры структурных элементов неправильной формы.

С применением данных методик исследована микроструктура in-situ высокопрочных нанокomпозиционных проводников на основе Cu-V, Cu-Fe, Cu-Nb диаметром 0,4-0,8 мм, рассчитаны количественные характеристики зёрновой структуры и выделений вторых фаз. Количественные характеристики микроструктуры сопоставлены с механическими свойствами проводников.

*Работа частично выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки (Госконтракт № 11.519.11.6028).*

## **ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА МУЛЬТИСЛОЙНЫХ СТРУКТУР СУПЕРПАРАМАГНЕТИК- ПОЛУПРОВОДНИК**

Калинин Ю.Е., Каширин М.А., Ситников А.В.

*Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
sitnikov04@mail.ru*

Исследованы зависимости удельного электрического сопротивления и комплексной магнитной проницаемости многослойных плёнок на основе композита  $(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}$  от толщины различных металлических и полупроводниковых прослоек. Многослойные наноструктуры из слоев нанокomпозита  $(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}$ , обладающего свойствами суперпарамагнетика, с различными прослойками полупроводников были получены методом ионно-лучевого распыления двух мишеней на вращающуюся подложку. В качестве металлической компоненты в композите был использован сплав  $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ , который относится к легко аморфизируемым и хорошо изученным системам. Для напыления многослойных структур композит-полупроводник (металл) использовались составная мишень и мишень из полупроводника (металла). В процессе напыления между одной из мишеней и подложкой устанавливался V-образный экран, который позволял регулировать в широком диапазоне толщину слоя в зависимости от взаимного расположения мишень - подложка.

Исследования электрического сопротивления проводились методом амперметра-вольтметра с помощью автоматизированного универсального измерительного комплекса с выводом экспериментальных результатов на ЭВМ. Установлено, что для гетерогенных систем  $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{Si}]]_{94}, \{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{C}]]_{46}, \{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{Cu}]]_{93}$  и  $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{Te}_3\text{Bi}_2]]_{10}$  удельное электрическое сопротивление снижается на 3-4 порядка при наличии сплошного слоя прослойки, что связывается с влиянием на электроперенос прослойки, имеющей более низкое электрическое сопротивление. В гетерогенных системах  $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{SiO}_2]]_{93}, [(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{Sn}_{29}\text{Si}_{4,3}\text{O}_{66,7}]]_{48}$  и  $\{[(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}/[\text{In}_{35,5}\text{Y}_{4,2}\text{O}_{60,3}]]_{47}$ , у которых величина удельного электрического сопротивления сравнима с удельным электрическим сопротивлением матрицы композита, влияние толщины прослойки более сложное: на зависимости  $\rho(h)$  наблюдается минимум.

Изучены зависимости действительной и мнимой частей комплексной магнитной проницаемости многослойных плёнок суперпарамагнитного композита  $(\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20})_{33,9}(\text{SiO}_2)_{66,1}$  с прослойками различных составов от толщины слоев. Высокочастотные магнитные свойства (действительная ( $\mu'$ ) и мнимая ( $\mu''$ ) части комплексной магнитной проницаемости) измерялись резонансным методом на частоте 50 МГц..

Установлена связь электрических свойств полупроводниковых прослоек и магнитных свойств многослойных структур в целом: обнаружено критическое значение удельного электрического сопротивления плёнок (около 0,01 Ом•м), ниже которого в гетерогенных системах наблюдается магнитное упорядочение. Это справедливо для всех видов исследуемых плёнок и не зависит от химического состава прослоек. Даже, если и образуются какие-либо соединения на границе раздела композит-полупроводник, их вклад в процесс магнитного упорядочения незначителен. Главным в возникновении магнитного упорядочения гранул композита остаётся влияние определяющих электрическую проводимость носителей заряда в прослойке. Полученные результаты связываются с возникновением косвенного обменного взаимодействия между изолированными ферромагнитными гранулами сплава  $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$  через электроны проводимости прослойки.

## ЭНДОЭДРАЛЬНЫЕ КОМПЛЕКСЫ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК С ЛИТИЕМ ПРИ КОНЕЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Созыкин С.А., Бескачко В.П.

*Южно-Уральский государственный университет, Челябинск  
sergey.sozykin@gmail.com*

Эндоэдральным комплексом углеродной нанотрубки (УНТ) называется УНТ, содержащая в своей полости инородные атомные структуры. Их изучение представляет практический интерес в связи с перспективами модификации свойств трубок для нужд микроэлектроники, использования их в качестве контейнеров при транспортировке лекарств в наномедицине, электродов в электрических батареях нового поколения и пр. Теоретические работы в этом направлении в своем большинстве ограничены рассмотрением состояний комплексов вблизи нуля температуры [1, 2], в то время как реальные устройства обычно работают при температурах около 300 К и выше.

Ранее нами было изучено строение, электрические и механические свойства эндоэдральных комплексов УНТ с литием при абсолютном нуле температуры [3-5]. Результаты численного моделирования свидетельствуют о том, что структура и ориентация внедрений заметно влияют на свойства комплексов УНТ. В данной работе методом *ab-initio* молекулярной динамики Кара-Паринелло, реализованном в пакете *Siesta*, изучены эндоэдральные комплексы УНТ с атомами лития в широком диапазоне температур (100 К - 700 К). Используемый метод позволяет моделировать поведение систем, состоящих из  $\sim 100$  атомов углерода. В качестве предмета исследования была выбрана модель углеродной нанотрубки (7,7) длиной 1 нм, содержащая 112 атомов углерода и  $n=1-4$  атома лития. Использовался обменно-корреляционный функционал Каперлея-Алдера, базисный набор DZP и термостат Нозе-Хувера (Nose-Hoover). Шаг по времени составлял 1 фс.

Из расчетов следует, что выявленные при  $T=0$  К тенденции в строении комплексов [5] сохраняются для всех рассмотренных температур: атомы Li преимущественно располагаются вблизи стенки УНТ, связываясь при  $n \geq 3$  в кластеры. Наблюдения за движением атомов Li при конечных температурах показывают, что вплоть до 450 К одиночный атом лития совершает финитное движение вблизи положения, равновесного при 0 К, а начиная с этой температуры получает возможность перемещаться по всей поверхности трубки. При  $n = 2$  доступная для движения область несколько увеличивается, но остается ограниченной при  $T < 450$  К. Интересно отметить, что при  $n = 3, 4$  даже при самой низкой из рассмотренных температур движение образующихся кластеров не локализуется вблизи каких-либо мест углеродного каркаса УНТ. Это

позволяет сделать вывод о том, что диффузия атомов лития при их связывании в кластеры усиливается.

### *Литература*

1) Senami M. Theoretical study of adsorption of lithium atom on carbon nanotube / M. Senami, Y. Ikeda, A. Fukushima, A. Tachibana // AIP Advances. - 2011. - 1. - P. 042106.

2) Khantha, M. Interaction and concerted diffusion of lithium in a (5,5) carbon nanotube / M. Khantha, et. al. // Physical review B. - 2008. - 78. - P. 115430.

3) Созыкин, С.А. Электрические свойства комплексов углеродной нанотрубки (7,7) с одиночными атомами Li, Na, S и Se / С.А. Созыкин, В.П. Бескачко // Вестник ЮУрГУ. Серия "Математика. Механика. Физика". - 2012. - Вып. 7. - №34. - С. 113-119.

4) Созыкин, С.А. Бескачко В.П. Механические свойства комплексов углеродной нанотрубки (7,7) с одиночными атомами Li, Na, S и Se / С.А. Созыкин, В.П. Бескачко // Вестник ЮУрГУ. Серия "Математика. Механика. Физика". - 2012. - Вып. 7. - №34. - С. 182-185.

5) Sozykin, S. A. Structure of endohedral complexes of carbon nanotubes encapsulated with lithium and sodium / S. A. Sozykin, V. P. Beskachko // Molecular Physics. - 2013. DOI: 10.1080/00268976.2012.760049

## **ХЕМОСТИМУЛИРУЮЩИЙ ЭФФЕКТ КОМПОЗИЦИЙ $V_2O_5+MnO_2$ С РАЗМЕРОМ ЧАСТИЦ 50-150 МКМ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМООКСИДИРОВАНИЯ GaAs**

Третьяков Н.Н., Митова И.Я., Кострюков В. Ф., Кривоносова И.А.

*Воронежский государственный университет, Воронеж  
nikostretyakov@gmail.com*

Методом лазерной эллипсомерии (ЛЭФ-753) установлено, что при термо-оксидировании арсенида галлия в присутствии композиций  $V_2O_5+MnO_2$  различного состава, с размером частиц 50-150 мкм, вводимых через газовую фазу, обеспечивается ускоренное формирование оксидных пленок по сравнению с собственным термооксидированием GaAs. Толщина пленки на поверхности GaAs неаддитивно зависит от состава композиции хемотимуляторов (рис.). При малом времени оксидирования имеет место незначительное отклонение от аддитивности во всем интервале составов композиций оксидов-активаторов, которое с ростом времени становится более выраженным. Наибольшая толщина формируемых пленок и существенное отклонение от аддитивности достигаются в области составов, обогащенных оксидом ванадия (правая

часть диаграммы). Для состава 90%  $V_2O_5$  (время 40 мин.) толщина пленки максимальна. Практически во всех случаях (кроме времени 10 мин.) для состава 50%  $V_2O_5$  характерен резкий скачок толщины оксидной пленки.

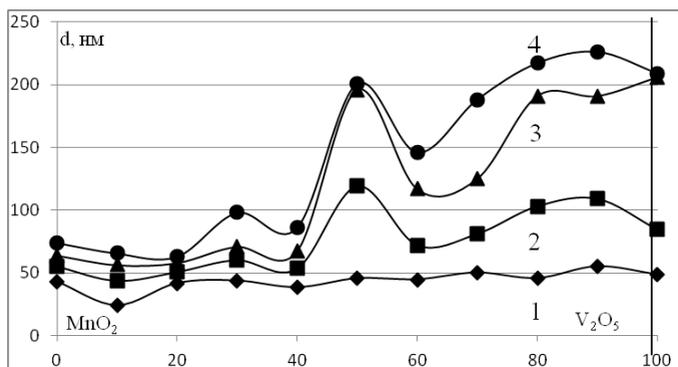


Рис. Зависимость толщины  $d$  оксидной пленки на GaAs от состава композиции  $V_2O_5 + MnO_2$  с размером частиц 50 – 150 мкм при температуре  $530^\circ C$  и продолжительности оксидирования: 1-10, 2-20, 3-30, 4-40 минут

Достигнутое ускорение формирования оксидной пленки на поверхности GaAs по сравнению с его собственным оксидированием обусловлено транзитным действием оксидов-хемостимуляторов, что доказано и включением их в растущую оксидную пленку (данные РФА и ЛРСМА). Нелинейные эффекты зависимости толщины пленки на поверхности GaAs от состава композиции хемостимуляторов  $MnO_2 + V_2O_5$  – результат взаимного влияния оксидов друг на друга, которое реализуется еще в контейнере. Оно заключается в изменении характера и степени превращения исходных активаторов в соединения с другими степенями окисления (РФА) при переходе от термооксидирования GaAs в присутствии индивидуальных хемостимуляторов к термооксидированию под воздействием композиций  $MnO_2 + V_2O_5$ .

*Работа выполнена при поддержке Гранта РФФИ № 13-03-00705-а*

## СПЕКТРОМИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТОЛБИКОВ НИКЕЛЯ В МАТРИЦЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Турищев С.Ю.<sup>1</sup>, Паринава Е.В.<sup>1</sup>, Овсянников Р.<sup>2</sup>, Федотова Ю.А.<sup>3</sup>,  
Мазаник А.В.<sup>4</sup>, Стрельцов Е.А.<sup>4</sup>, Федотов А.К.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Синхротрон BESSY II, Гельмгольц Центр Берлин, Берлин, Германия

<sup>3</sup>Национальный Центр физики частиц и высоких энергий, Минск, Беларусь

<sup>4</sup>Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь  
tsu@phys.vsu.ru

В данной работе представлены результаты исследований морфологии и электронного строения массивов субмикронных столбиков никеля, сформированных в матрице SiO<sub>2</sub>. Массивы столбиков никеля были сформированы трекинговым методом, при электрохимическом осаждении металла из раствора NiSO<sub>4</sub> в поры субмикронного диаметра подготовленной диэлектрической матрицы диоксида кремния на подложке кристаллического кремния. Диэлектрическая матрица, была получена химическим травлением термически выращенной пленки SiO<sub>2</sub> толщиной 1 мкм, облученной высокоэнергетическими ионами золота (380 МэВ) с целью формирования в ней треков после пролета ионов.

Микроскопические исследования химического контраста, электронного строения и распределения остаточной намагниченности исследовались методом фотоэлектронной эмиссионной микроскопии (РЕЕМ - Photoemission Electron Microscopy) с использованием высокоинтенсивного синхротронного (ондуляторного) излучения накопительного кольца BESSY II Гельмгольц центра - Берлин (Берлин, Германия) при помощи конечной станции SPEEM - Spin resolved Photoemission Electron Microscope).

Метод РЕЕМ позволяет получить информацию о морфологии, магнитной структуре и электронном строении в предельно малых полях зрения микроскопа. Данные РЕЕМ были получены путем регистрации электронного выхода в области ближней тонкой структуры L<sub>2,3</sub> края рентгеновского поглощения никеля (XANES - X-ray Absorption Near Edge Structure) с использованием синхротронного излучения круговой поляризации. Измерения проводились при комнатной температуре, аппаратное уширение при регистрации XANES спектров составило ~ 0.1 эВ. Высокая эффективность использования синхротронного излучения позволила при использованных полях зрения в 20 и 10 мкм получать информацию с участков поверхности диаметром до нескольких нм.

Показано формирование столбиков со средним диаметром ~ 500 нм. Столбики формируются как единично, так и группами, от трех до свыше пятнадцати, образуя островки размером, не превышающие 7 мкм, в которых,

тем не менее, представляется возможным выделить отдельные столбики с тем же диаметром  $\sim 500$  нм. Неединичные столбики соединены перегородкой, длиной 300 нм, шириной менее 50 нм. Интегрально, XANES спектр, зарегистрированный вблизи  $L_{2,3}$  края поглощения никеля, позволяет говорить о максимальном вкладе металлического никеля в состав поверхности столбиков. Зарегистрированы Ni  $L_{2,3}$  спектры XANES с участков диаметром  $\sim 50$  нм при максимальном удалении от сформированного столбика, с единичного столбика, с области, содержащей свыше десятка столбиков, сгруппированных в островок. Показано, что поверхность, незанятая столбиками (поверхность матрицы оксида кремния), содержит в небольших количествах остаточные загрязнения, включающие оксиды никеля, тогда как сформированные столбики представляют собой металлический никель.

Спектры, полученные из участков, диаметром  $\sim 50$  нм, с шагом между участками в 50 нм, как в отдалении от столбика, так и в его центре, позволяют говорить о наличии переходной области  $\sim 20$ -50 нм вблизи столбика, содержащей, вероятнее всего, как металлический никель, так и его нарушенные оксиды. Соединительная перегородка также представляет собой металлический никель, тем не менее, эффективность выхода электронов из перегородки выше в полтора раза. Распределение остаточной намагниченности как в поле зрения 10 мкм так в единичном столбике в целом свойственно металлическому никелю, тем не менее, в области перегородки оно нулевое.

## **РАСЧЁТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ КАПИЛЛЯРНЫХ СИЛ И КАПИЛЛЯРНОГО ДАВЛЕНИЯ В ЖИДКИХ ПРОСЛОЙКАХ МЕЖДУ ЧАСТИЦАМИ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ КОМПОНЕНТОВ**

Целищев Ю.Г., Вальцифер В.А.

*Институт технической химии УрО РАН, Пермь  
tselishch@yandex.ru*

Хранение и применение высокодисперсных материалов на основе микро- и наноразмерных компонентов в естественных условиях сопровождается процессом капиллярной конденсации паров жидкости из окружающей среды в зазорах между «контактирующими» частицами и появлением в образующихся прослойках жидкости капиллярного давления и капиллярных сил, оказывающих значительное влияние на формирование свойств материалов на основе высокодисперсных компонентов.

Целью работы являлась оценка, на основе расчётного моделирования, капиллярного давления и капиллярных сил, действующих в жидких прослойках между дисперсными частицами, и определение влияния на их

величину параметров частиц и окружающей среды.

Предложена расчётная модель для определения величины капиллярного давления и капиллярных сил в зависимости от формы, размеров частиц высокодисперсных компонентов, расстояния между ними, краевого угла смачивания, поверхностной энергии жидкости на границе раздела фаз «частица-жидкость», объёма жидкой прослойки между частицами. Расчётное моделирование проведено с использованием среды программирования Lazarus. Исследовано взаимодействие частиц с формой сферы, конуса и плоскости. На рисунке приведены зависимости составляющей капиллярной силы  $F_{k2}$ , определяющейся капиллярным давлением, и капиллярного давления  $\Delta P$  от относительного объёма жидкой прослойки  $\varphi_c$  для одинаковых ( $D_{ч}$ ) сферических частиц. При этом отрицательное значение давления характеризуется притяжением частиц.

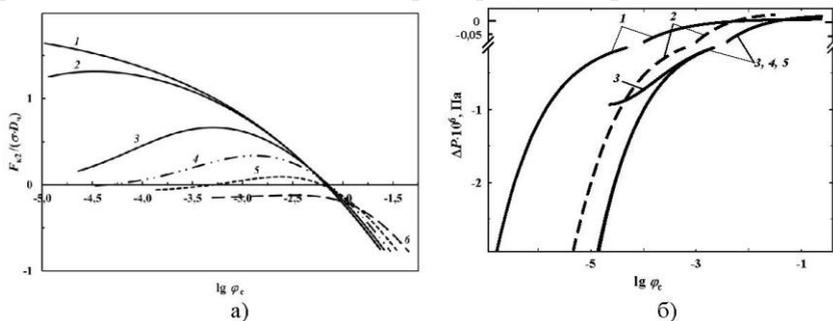


Рисунок - Составляющая капиллярной силы  $F_{k2}$  (а) и капиллярное давление  $\Delta P$  (б) в жидкой прослойке, (а) -  $h/D_{ч}$ : 1 -  $4 \cdot 10^{-4}$ ; 2 -  $1 \cdot 10^{-3}$ ; 3 - 0,01; 4 - 0,025; 5 - 0,05; 6 - 0,1;  $D_{ч}=5$  мкм,  $\theta=50^\circ$ ; (б) -  $D_{ч}$ , мкм: 1 - 100; 2-5 - 10;  $h$ , мкм: 1, 2, 4 - 0,01; 3 - 0,1; 5 - 0,2 нм;  $\theta$ , ( $^\circ$ ): 1, 3-5 - 0; 2 - 50.

Видно, что увеличение расстояния ( $h$ ) между частицами приводит к смещению максимума составляющей капиллярных сил в область больших объёмов жидкой прослойки. Уменьшение зазора между частицами (3, 5) и улучшение смачивания (угол  $\theta$ , кривые 2, 3-5) способствуют росту капиллярного давления и увеличению притяжения частиц.

Показано, что предложенная модель позволяет исследовать численными методами влияние различных параметров частиц высокодисперсных компонентов, жидкой прослойки и окружающей среды на величины капиллярного давления, капиллярных сил и её составляющих, действующих между частицами.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект 11-03-00650\_a.*

## ОСОБЕННОСТИ ИНТЕРФЕЙСОВ МЕЖДУ НЕОРГАНИЧЕСКИМИ НАНОЧАСТИЦАМИ И ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕЙ В ОБЪЕМНЫХ КОМПОЗИТАХ

Шахрай О.А., Классен Н.В., Рыженков А.В., Покидов А.П.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

*krivko@issp.ac.ru, klassen@issp.ac.ru*

При изучении интерфейсов в композитах из неорганических и органических компонентов и влияния этих интерфейсов на поведение неравновесных электронных состояний установлено формирование прочных химических связей между диэлектрическими наночастицами и полимерами, на что указывает ряд фактов. В том числе, обнаружены ориентационное и координатное упорядочения частиц  $\text{LuF}_3$ ,  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{PbTiO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  и др. при их взаимодействиях с внешним электрическим полем и с биополимерами лигнина и коллагена. В этих экспериментах особенную активность проявляют частицы анизотропных кристаллов, обладающих либо стационарными дипольными моментами ( $\text{BaTiO}_3$ ), либо высокой ионной проводимостью ( $\text{LuF}_3$ ). Это свидетельствует в пользу диполь-дипольных взаимодействий при формировании связей органики с неорганическими частицами.

Образование прочных связей в композитах подобного типа подтверждается экспериментальными наблюдениями сильного упрочнения полистирола при введении в него наночастиц  $\text{LuF}_3$ . Установлено, что кривая температурной зависимости пластичности при температурах ниже точки стеклования у композитов полистирола с наночастицами идет значительно круче, чем у чистого полистирола, что указывает на значительное увеличение энергии активации деформационного массопереноса при введении в полистирол фторида лютетия, а также ряда других нано-наполнителей.

О возможности еще одного механизма формирования сильных связей между наночастицами сцинтилляторов, активированными Gd или Tl, и органическими молекулами ароматического типа, свидетельствуют эксперименты по ядерному магнитному резонансу и инфракрасному поглощению в соединениях Gd и лигнина, свидетельствующие об образовании комплексов этих веществ. Формированием комплексов ароматических колец полистирола с Gd или Tl, активирующими люминесценцию наночастиц, можно объяснить явление сверхбыстрой передачи электронных возбуждений из наносцинтилляторов органическим люминофорам, наблюдаемое при рентгеновском облучении композитов из этих веществ. Но в этом случае активаторы работают не центрами люминесценции, а комплексообразователями.

Версия о роли гадолиниевых или таллиевых комплексов с органикой как передающих возбуждение мостиков подтверждается влиянием на спектры и кинетику композитов ренгенолюминесценции квазигидростатической деформации, приводящей к затруднениям трансляций возбуждений по причине повреждений передающих «каналов», которые начинаются на интерфейсах и идут далее по цепочкам  $\pi$ -электронов ароматических колец. В результате деформации такого типа регистрируется ослабление сверхбыстрой компоненты люминесценции (1 нс), связанной с излучением света органическими активаторами, с одновременным усилением медленной компоненты (не менее 500 нс), обусловленной свечением активатора неорганического сцинтиллятора. При этом в спектре ренгенолюминесценции наблюдаются, соответственно, ослабление полосы свечения органического и усиление полосы неорганического активатора. Эти изменения сопровождаются общим ослаблением интегральной интенсивности ренгенолюминесценции.

Приведенные данные обеспечивают базу для моделирования атомно-молекулярной структуры интерфейсов в изучаемых нанокompозитах, а также позволяют существенно расширить как понимание процессов переноса энергии в композитах органика – неорганика, так и представления о морфологии композитов подобного типа.

*Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ № 12-02-31693 и № 12-02-90015.*

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### МУЛЬТИСЛОЙНЫЕ НАНОСТРУКТУРНЫЕ НИТРИДНЫЕ ПОКРЫТИЯ

Белов Д.С., Волхонский А.О., Блинков И.В.

*НИТУ «МИСИС», Москва*

*LightningN4S@yandex.ru*

Новым этапом на пути эффективного управления свойствами износостойких arc-PVD покрытий является их формирование в виде многослойных структур с наномасштабным размером слоев, формирующихся на основе нитридов элементов, входящих в состав испаряемых катодов. При этом в структуре материала покрытия увеличивается доля межфазных и межзёренных поверхностей раздела, которые являются препятствием на пути движения дислокаций и распространения трещин. Это предопределяет, как показали наши исследования, ещё более высокое повышение твердости таких покрытий одновременно с их вязкостью.

В работе исследуется влияние параметров ионно-плазменного вакуумно-дугового метода напыления на структуру, состав и свойства мультислойных наноструктурных покрытий (МНП) Ti-Al-N/Zr-Nb-N/Cr-N.

Методом рентгенофазового структурного анализа установлено присутствие в составе МНП фаз ZrN, TiN и Cr<sub>2</sub>N. Можно предполагать, что отсутствие в составе МНП фаз алюминия и ниобия является следствием их растворения в нитридах ZrN и TiN с образованием соответствующих твердых растворов. Дополнительная информация о фазовом составе МНП была получена из анализа фотоэлектронных спектров высокого разрешения электронов Cr2p, Zr3d, Ti2p. Локализация максимумов пиков Ti2p<sub>3/2</sub> (рисунок 1а), Zr 3d<sub>5/2</sub> на энергиях связи 455,0 эВ и 179,9 эВ соответственно характерна для связи Ti в TiN и Zr в нестехиометричном нитриде циркония состава ZrN<sub>0,68</sub>. Максимум пика Cr2p<sub>3/2</sub> – 574,3 эВ (рисунок 1в) соответствует энергии связи металлического хрома, либо его связи с азотом в соединении Cr<sub>2</sub>N. Наличием второго дублета пика Cr2p<sub>3/2</sub> дает основание предполагать существование также фазы CrN.

При повышении потенциала смещения на подложке от -80 до -120 В значения микродеформаций увеличиваются с 1,3 до 1,5 % и с 2 до 2,7 % соответственно для нитридов титана и циркония, одновременно с этим растут и периоды решеток нитридов с 4,24 до 4,27 Å и с 4,43 до 4,44 Å. Это обусловлено возрастающей с увеличением потенциала смещения

энергии бомбардирующих поверхность МНП ионов и повышением вероятности образования дефектов анти-Шоттки и пар Френкеля, обусловленных «эффектом ионного наклепа». При дальнейшем повышении потенциала смещения от -120 до -160 В микродеформации и периоды решеток нитридов уменьшаются, что связано с размыванием границ раздела между отдельными нанослоями и образованием твердых растворов (Ti, Cr)N и (Zr, Cr)N [растворение металла в нитридах TiN и ZrN приводит к уменьшению периода их решетки].

Средний размер кристаллитов внутри слоев покрытия составляет приблизительно 5-10 нм. МНП характеризуются отсутствием изменения состава и свойств при нагреве до 1000 °С. Имеют твердость до 36,6 ГПа, модуль Юнга до 580 ГПа, работу пластического деформирования до 64 %, адгезионную прочность порядка 100 Н и коэффициент трения 0,45. Данные свойства определяют перспективность использования разработанных покрытий как износостойких, работающих в условиях знакопеременных нагрузок и высоких температур.

## **МЕТАЛЛОПОЛИМЕРНЫЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕРНЫХ МЕМБРАН ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ ЭНЕРГИИ**

Яштулов Н.А.<sup>1</sup>, Большакова А.Н.<sup>2</sup>, Емельянова О.Н.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Московский энергетический институт, Москва

<sup>2</sup>Институт химических реактивов и особо чистых химических веществ,  
Москва

*yashtulovna@rambler.ru, alexa20486@mail.ru*

Проблема поиска альтернативных источников энергии стала последнее время особенно актуальной. Это связано с развитием нанотехнологий и усовершенствования физико-химических методов. При создании современных топливных элементов особое внимание уделяется разработке мембранно-электродных блоков (МЭБ) с нанокompозитными катализаторами. Введение неорганических наноразмерных компонентов позволяет существенно повысить эксплуатационные характеристики мембранно-электродных блоков топливных элементов и снизить расход дорогостоящих катализаторов платиновой группы. В настоящее время в ТЭ в качестве каталитических слоев используются катализатор, нанесенный на углеродный носитель (сажа или унт). В данной работе предлагается наносить катализатор на ТП мембрану, что позволит мембранно-электродный блок сделать миниатюрным и перейти к тонкопленочным источникам тока.

Предложенный в работе метод изготовления каталитически активных электродов для источников тока в микро- и нанoeлектронике, позволяет снизить содержание дорогостоящих катализаторов в электродах на базе металлополимерных электродов при сохранении высокой эффективности их работы. В качестве твердо-полимерной мембраны использовалась мембрана типа Нафион, эта мембрана представляет полимер с ионогенной сульфогруппой. Создание металлополимерных нанокомпозитов проводили методом пропитки полимерной мембраны обратнo-мицеллярными растворами наночастиц металлов (платины и палладия), которые были получены в обратнo-мицеллярных растворах методом радиационно-химического восстановления ионов металлов, восстановление проводили при гамма-облучении ( $\text{Co}^{60}$ ) при малых дозах облучения. Синтез был проведен в лаборатории «ЛАНАКОМ» по патентам и работам Ревинoй А.А.. Полученные обратнo-мицеллярные растворы, содержащие наночастицы металлов платины и палладия, обладают высокой стабильностью в течение долгого времени.

Фрагменты внутрeнних полостей полимерной цепи мембраны Нафион имеют размеры не более 6 нм, а наночастицы металлов в обратнo-мицеллярных растворах имеют размеры от 2 до 6 нм, при модифицировании полимер ограничивает агломерацию наночастиц при переходе из раствора в пленку, и способствуют равномерному распределению наночастиц - катализаторов в пленке.

Исследования электрохимической активности металлополимерных нанокомпозитов проводили методом циклической вольтамперометрии (ЦВА). Зарегистрированные характеристики металлополимерных нанокомпозитов соответствуют показателям, полученным на коммерческих образцах, используемых в мировой практике, что свидетельствует о высокой каталитической активности и эффективности работы полученных композитных электродов, учитывая снижение содержания благородных металлов от  $0,5 \text{ мг/см}^2$  до менее чем  $0,1 \text{ мг/см}^2$ . Преимуществом предложенной технологии является ее экологическая чистота – функциональные материалы производятся посредством облучения наночастиц металлов малыми дозами без использования токсичных органических реагентов.

Таким образом, были получены уникальные металлополимерные нанокомпозиты, пригодные для использования в электронной аппаратуре, обладающие стабильностью с течением времени и высокими удельными характеристиками, при пониженном содержании дорогостоящих металлов платиновой группы.

## КОНЦЕНТРАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ТЕМПЕРАТУРЫ КЮРИ НАНОКОМПОЗИТОВ $Ni_x(MgO)_{100-x}$

Гребенников А.А., Стогней О.В.

Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
anton18885@yandex.ru

Исследованы магнитные и магниторезистивные свойства композитов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  при 77 К, получены зависимости их намагниченности от температуры, определена величина температуры Кюри ( $T_C$ ) ферромагнитной фазы Ni композитов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  при различной концентрации металлической фазы. Образцы  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  были получены методом ионно-лучевого распыления составной мишени, состоящей из никелевой основы с навесками MgO, в атмосфере аргона. Толщина пленок составляет 3-4 мкм. Элементный состав образцов измерялся методом электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа на установке JXA-840. Процессы перемагничивания в образцах при 77 К исследовались с помощью вибрационного магнитометра, помещенного в проточный криостат. Термомагнитные зависимости измерялись в намагничивающем поле 100Э после охлаждения в нулевом магнитном поле

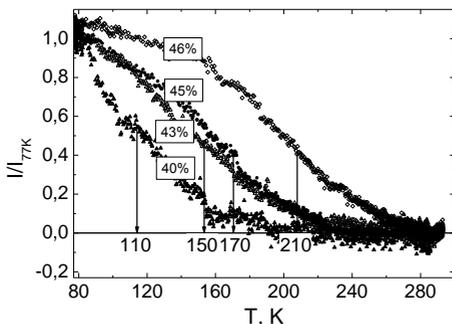


Рис. Зависимости намагниченности от температуры композитов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$ . Цифры под осью абсцисс соответствуют температуре Кюри каждого образца

В результате изучения магнитных и магниторезистивных свойств образцов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  был обнаружен не наблюдавшийся ранее в композитах ферромагнетик – диэлектрик размерный эффект, предположительно, заключающийся в значительном снижении  $T_C$  гранул Ni до значений, меньших 297 К. Установлено, что при 297 К в исходных пленках

магнитосопротивление отсутствует во всем исследованном интервале составов, а их намагниченность в полях 5 кЭ близка к нулю. Однако, при уменьшении температуры до 77 К в образцах появляется отличный от нуля суммарный магнитный момент и обнаруживается туннельное магнитосопротивление (ТМС). В образцах с

концентрацией металла  $x < 40$  ат.% реализуется суперпарамагнитное состояние, о чем свидетельствует проявление ими ТМС и отсутствие гистерезиса на кривой намагничивания. Композиты с  $x \geq 40$  ат.% проявляют ферромагнитные свойства: величина ТМС стремится к нулю, при перемагничивании данных материалов появляется гистерезис. Величина коэрцитивной силы в композитах  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  с увеличением концентрации металлической фазы возрастает, что согласно модели случайной анизотропии обусловлено увеличением размеров гранул никеля.

По температурным зависимостям намагниченности определена температура Кюри ( $T_C$ ) композитов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  (рис.).  $T_C$  наноразмерной фазы Ni значительно меньше  $T_C$  «объемного» никеля (631 К), ее величина существенно зависит от концентрации металлической фазы в образце меняясь от 115 К при  $x = 40$  ат.% до 210 К при  $x = 46$  ат.% (см.рис.). Предположительно, низкое значение  $T_C$  композитов  $Ni_x(MgO)_{100-x}$  обусловлено малыми размерами никелевых включений. Согласно изложенным выше данным увеличение доли металлической фазы приводит к росту гранул в образцах  $Ni_x(MgO)_{100-x}$ . Следовательно, увеличение  $T_C$  при увеличении содержания металла в образце, по всей видимости, обусловлено увеличением размера гранул никеля.

## **ФИЗИКОХИМИЯ МОДЕЛЬНЫХ РАСПЛАВОВ НИКЕЛЯ И ЖЕЛЕЗА, СОДЕРЖАЩИХ ПАВ И ЭКЗОГЕННЫЕ ТУГОПЛАВКИЕ НАНОФАЗЫ**

Анучкин С.Н., Бурцев В.Т., Самохин А.В., Грнев Н.Ю.

*Институт металлургии и материаловедения им А.А. Байкова РАН, Москва  
burtsev@ultra.imet.ac.ru*

В последнее время интенсивное развитие получили нанотехнологии и их возможности применения в различных областях науки и техники. Одним из перспективных направлений нанотехнологий в металлургии является использование наноразмерных частиц тугоплавких фаз (НЧТФ) в жидком металле как в виде реагентов для рафинирования расплавов, так и в виде инокуляторов, влияющих на процесс кристаллизации и структуру металла. В данной работе предложили гипотезу о взаимодействии экзогенных наночастиц с ПАВ расплавов Ni и Fe [1] и экспериментально изучили удаление серы/олова из модельных систем Ni-S, Ni-Sn и Fe-Sn. Разработали физико-химическое обоснование выбора НЧТФ и исследуемого металла с ПАВ, включающую термодинамику и кинетику диссоциации материала тугоплавкой фазы в расплаве, данные по межфазному натяжению Ме-тугоплавкая фаза и

кристаллографическому соответствию НЧТФ с матричным твердым металлом. Изучили распределение НЧТФ в композиционном материале для ввода их в металлический расплав. Исследовали особенности строения и свойства композиционного материала с НЧТФ и разработали методику приготовления композиционного материала.

Исследовали закономерности гетерофазного взаимодействия НЧТФ (на примере  $Al_2O_3$  и TiN) с ПАВ систем Ni-S, Ni-Sn и Fe-Sn. Расчетным и экспериментальным путем подтвердили адсорбционный механизм удаления ансамблей НЧТФ с ПАВ и исследовали влияние различных размерных факторов на степень удаления ПАВ: влияние природы и размера НЧТФ ( $Al_2O_3$  от 150 до 35 нм; TiN от 20 мкм до 30 нм), их доли в расплаве (0,05 - 1,20 мас. %) и времени изотермической выдержки в ВИП (120-1200 с) и показали, что эффективными являются НЧТФ меньших фракций с их содержанием не больше 0,1 мас. %.

Влияние особенностей размерного фактора изучили при исследовании поверхностного натяжения и плотности систем Ni-S-НЧТФ, Ni-Sn-НЧТФ и Fe-Sn-НЧТФ в интервале температур от плавления до 1650 °С. В рамках квазихимической теории металлических расплавов рассмотрели влияние ансамблей и их агломератов на степень разрыхленности расплава. Показали, что для системы Ni-S-НЧТФ, как правило, наблюдали уменьшение разрыхленности расплава в зависимости от размера НЧТФ (крупные фракции НЧТФ обеспечивали менее рыхлую структуру -  $Al_2O_3$  на 42 отн. %; TiN на 10 отн. %)). Увеличение разрыхленности зафиксировали в системах Ni-Sn-НЧТФ ( $Al_2O_3$  на 28 отн. %; TiN на 66 отн. %) и Fe-Sn-НЧТФ ( $Al_2O_3$  на 18 отн. %; TiN на 14 отн. %). Это свидетельствует о различном влиянии строения ансамблей и влиянии серы/олова в их составе на структуру расплава.

На основании полученных экспериментальных результатов удаления ПАВ - примесей с использованием НЧТФ из модельных сплавов Ni-S, Ni-Sn, Fe-Sn разработали программу рафинирования металла от примесей цветных металлов, и, в лабораторных условиях, исследовали удаление Cu/Sn из нержавеющей стали 12X18H10T, сложнoleгированного никелевого сплава ЭП708ВД производства ОАО «Металлургический завод «Электросталь». Показали, что после ввода  $Al_2O_3$  степень удаления Cu составляла от 5 до 35 % отн., а степень удаления Sn от 5 до 25 % отн. в зависимости от времени пребывания НЧТФ в расплаве (5-20 мин.) и их концентрации (0,06-0,18 % мас.).

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ – ГРАНТ 12-08-00608-а*

1. Анучкин С.Н., Бурцев В.Т., Самохин А.В., Серов Г.В. Физика и химия обработки материалов. – 2009. – № 6 – С.78-85.

## НАНОКОМПОЗИТЫ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С ГИДРОКСИАПАТИТОМ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ

Берлова Е.В., Домченкова А.С., Жукова В.А., Латухина Н.В.

*Самарский государственный университет, Самара  
an\_domser@mail.ru*

Одним из перспективных наноматериалов биомедицинского направления является пористый кремний. Наноконпозиты пористого кремния с различными биологическими веществами представляют собой перспективный биоматериал для разнообразных биомедицинских применений. Экспериментально показана возможность роста на поверхности пористого кремния самых разнообразных биологических тканей, от кожной и костной до ткани мозга [1]. В данной работе представлены результаты экспериментальных исследований наноконпозита пористого кремния с порошком минеральной фазой кости гидроксиапатитом (ГАП), представляющего интерес как биорезорбируемый материал для замены костной ткани. Результаты клинических исследований показали, что кремний очень важен для нормального формирования кости. В целом, ионы кремния в сочетании с гидроксиапатитом заполняют «каркас» на молекулярном уровне и делают структуру более плотной [2].

Слои пористого кремния были получены в процессе электрохимического травления пластин монокристаллического кремния. Порошок ГАП получали путем осаждения минерального компонента кости из деминерализующего раствора. Осаждение ГАП на подложку проводилось из водной или спиртовой суспензии порошка ГАП. Было проведено исследование поверхностей и сколов образцов пористого кремния с внедренными частицами ГАП методами оптической и электронной микроскопии, ИК – спектрометрии. Для определения пористости кремния и степени насыщенности его гидроксиапатитом использовался гравиметрический метод. Проводились также исследования электрического сопротивления образцов зондовыми методами. Исследования показали, что даже небольшая объемная доля (4 – 5%) ГАП в пористом кремнии заметно влияет на его электрические и оптические свойства, что может быть положено в основу метода экспресс-анализа наноконпозита.

1. Monica Simion et al. Nanoporous silicon matrix used as biomaterial // Journal of Alloys and Compounds. 434–435 (2007). P. 830–832
2. Fan D., Akkaraju G.R., Couch E.F., Canham L.T., Coffey J.L. The role of nanostructured mesoporous silicon in discriminating in vitro calcification for electrospun composite tissue engineering scaffolds // Nanoscale. 2011 Feb 10;3(2):354-61

**ФОРМИРОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ И КЛАСТЕРОВ КРЕМНИЯ В ИЗЛУЧАЮЩИХ МНОГОСЛОЙНЫХ СТРУКТУРАХ** **$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_x/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_x/\dots/\text{Si}$  (100)**

Турищев С.Ю.<sup>1</sup>, Терехов В.А.<sup>1</sup>, Коюда Д.А.<sup>1</sup>, Панков К.Н.<sup>1</sup>, Ершов А.В.<sup>2</sup>,  
Грачев Д.А.<sup>2</sup>, Машин А.И.<sup>2</sup>, Домашевская Э.П.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Воронежский государственный университет, Воронеж*

<sup>2</sup>*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
Нижний Новгород  
kojuda@phys.vsu.ru*

В работе представлены результаты исследования методом спектроскопии ближней тонкой структуры края рентгеновского поглощения (XANES - X-ray absorption near edge structure), чувствительным к локальному окружению атомов заданного сорта (в данном случае кремния и алюминия) в многослойных нанопериодических структурах (МНС)  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_x/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_x/\dots/\text{Si}(100)$ . Результаты сопоставлены с данными по фотолюминесцентным свойствам данных структур в зависимости от температуры отжига.

Аморфные МНС  $a\text{-SiO}_x/\text{Al}_2\text{O}_3$  были сформированы методом последовательного нанесения слоев  $a\text{-SiO}_x$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на монокристаллические пластины кремния Si (100). В каждой серии образцов толщина слоев  $\text{Al}_2\text{O}_3$  была одинаковой и составляла величину 3 или 5 нм. Толщина нанослоев  $a\text{-SiO}_x$  в МНС варьировалась от 2 до 11 нм.

Экспериментальные рентгеновские спектры XANES вблизи  $L_{2,3}$  краев поглощения Si и Al и K края поглощения Si были получены на каналах Mark V Grasshopper и канале DCM соответственно, на синхротроне SRC (Synchrotron Radiation Center) Университета Висконсин - Мэдисон, США. Глубина информативного слоя при регистрации спектров вблизи  $L_{2,3}$  краев составляла ~ 5 нм; в случае регистрации Si K спектров XANES ~ 65 нм. Спектры фотолюминесценции (ФЛ) регистрировались при помощи фотоэлектронного умножителя ФЭУ-62 с использованием решеточного монохроматора SP-150 (Stanford Research Systems) и измерялись в диапазоне длин волн  $\lambda = 350\text{--}900$  нм при возбуждении импульсным азотным лазером.

Сопоставление Si  $L_{2,3}$  спектров XANES эталонных образцов монокристаллического и аморфного кремния, а также пленки  $\text{SiO}_2$  со спектрами экспериментальных МНС позволяет заключить следующее. Для всех исследованных структур в Si  $L_{2,3}$  спектрах XANES с ростом температуры отжига наблюдается появление выраженного максимума в области элементарного Si ( $E \sim 100\text{--}104$  эВ). Наличие подобной спектральной особенности связано с увеличением содержания элементарного Si в исследуемом поверхностном слое как следствие термического разложения  $\text{SiO}_x$  на Si и  $\text{SiO}_2$ . Детальный анализ Si  $L_{2,3}$  зарегистрированных спектров в

области, свойственной краю поглощения элементарного Si, не позволяет обнаружить тонкой структуры, характерной для c-Si в области  $h\nu$  100–104 эВ. Таким образом показано формирование кластеров Si в приповерхностных слоях  $\text{SiO}_x$  исследуемых МНС.

Анализ спектров ФЛ отожженных при температуре 1100°C экспериментальных МНС показывает «синее» смещение пика ФЛ с уменьшением толщины слоев  $\text{SiO}_x$  МНС. Данный факт свидетельствуют о проявлении квантово размерного эффекта в отожженных образцах. Сопоставление Si K спектров XANES, зарегистрированных для более глубоких нанослоев, составляющих МНС, со спектрами эталонных образцов позволяет заключить, что в анализируемых слоях при высокотемпературном отжиге, наблюдается формирование нанокристаллов кремния. Об этом свидетельствует наличие особенности в спектрах XANES при  $h\nu \sim 1852$  эВ, соответствующей по своему положению монокристаллическому кремнию c-Si.

Анализ  $L_{2,3}$  XANES спектров алюминия показывает возможное образование алюмосиликатов в поверхностных слоях исследованных МНС.

*Работа выполнена при поддержке Программы стратегического развития Воронежского государственного университета.*

## **ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ, ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ИХ ОСНОВЕ**

Куриганова А.Б.<sup>1</sup>, Леонтьева Д.В.<sup>1</sup>, Новикова К.С.<sup>1</sup>,  
Леонтьев И.Н.<sup>2</sup>, Смирнова Н.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Южно-Российский государственный технический университет,  
Новочеркасск*

<sup>2</sup>*Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону  
kuriganova\_@mail.ru*

Структура и дисперсность наноразмерных материалов во многом определяется способом их получения. Существующие способы синтеза нанодispersных порошков металлов и композиционных материалов на их основе принято подразделять на два типа: методы «bottom up», основанные на восстановлении ионов металлов до металлического состояния (химическое или термическое восстановление соединений-предшественников), и методы «from top to down», основанные на измельчении макроразмерных частиц до микро- и наноразмерного состояния (механо-, крио-, плазмохимические методы, импульсное

лазерное испарение). Электрохимические методы получения наноразмерных материалов еще не получили достаточно широкого распространения. Однако именно применение различных электрохимических процессов может позволить получать высокочистые нанодисперсные материалы.

В работе предложен способ синтеза наноразмерных материалов, основанный на электрохимическом диспергировании различных металлических электродов в растворах, содержащих катионы щелочных металлов под действием переменного импульсного тока [1]. Необходимо отметить один из основных положительных моментов этого процесса – возможность получения нанопорошков с заданными характеристиками путем варьирования параметров электролиза (плотности и частоты переменного тока, составом и концентрацией электролита, температурой). Общая схема реакций, протекающих на металлических электродах во время их диспергирования, включает в себя стадии электрохемосорбции воды, выделение кислорода и водорода при положительных и отрицательных импульсах соответственно.

Методом электрохимического диспергирования получены высокодисперсные порошки платины, оксидов никеля, олова, алюминия, меди, а также ряд композиционных материалов (Pt/C, Pt<sub>3</sub>Ni/C, Pt/NiO/C, NiO/C, Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CuO/C). Методами PCA, SEM, ТЕМ, ВЕТ, ТГ-ДСК, EDAX установлено влияние основных параметров синтеза (состав, концентрация и температура электролита, плотность переменного тока, соотношение величины анодной и катодной составляющей переменного тока) на фазовый состав и структурные характеристики получаемых материалов. Исследованы их химические и электрохимические свойства для различных приложений.

1. Leontyev I., Kuriganova A., Kudryavtsev Yu., Dkhil B., Smirnova N.// Applied Catalysis A: General.- 2012.- Т.431-432.- P.120-125.

## **ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ ПЕРЕСЫЩЕННОГО РАСТВОРА В СИСТЕМАХ ФЕМТОЛИТРОВОГО ОБЪЕМА**

Малафеева Е.К., Федосеев В.Б.

*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
Нижний Новгород*

*zhe\_1604@mail.ru, vbfedoseev@yandex.ru*

Согласно термодинамической модели [1] в системах малого объема с фазовыми превращениями типа раствор–кристалл может быть достигнуто

очень высокое пересыщение раствора вплоть до полного термодинамического запрета кристаллизации.

В докладе описаны экспериментальные наблюдения, подтверждающие предсказанные термодинамической моделью закономерности, в частности продемонстрировано "неоствальдовское" поведение в ансамбле капель в фемто- и пиколитрового объёма, при котором время жизни и кристаллизации мелких капель существенно превышает время испарения крупных. Экспериментально показано, что такое поведение характерно для различных кристаллических веществ.

"Неоствальдовское" поведение ансамбля капель наблюдается для растворов KCl, NaNO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>Cl, NaClO<sub>3</sub> и др. неорганических соединений. В качестве представителя органических кристаллических соединений для наблюдений использована винная кислота. Эффект устойчиво воспроизводится в опытах, выполненных при разных условиях, поэтому для его наблюдения нет особой необходимости термостатирования образцов или поддержания влажности воздуха в определенном диапазоне. При высокой влажности можно наблюдать устойчивые некристаллизующиеся капли раствора субмикронного размера. Контроль температуры и влажности может быть интересен при исследовании кинетических закономерностей. Результаты термодинамического описания [1] количественно согласуются с экспериментальными наблюдениями и позволяют интерпретировать "неоствальдовское" поведение. Воспроизводимость эффектов для неорганических и органических веществ позволяет утверждать, что описанные закономерности имеют общий характер.

Размерные эффекты при фазовых превращениях в фемто- и пиколитровых объёмах в соответствии с моделью объясняются двумя основными факторами: поверхностной энергией и условиями сохранения вещества. Во-первых, вклады поверхностной энергии границ системы и межфазной границы раствор–кристалл с уменьшением размера системы становятся сопоставимы с энергией Гиббса всей системы. Во-вторых, существенным становится изменение концентрации и химического потенциала растворителя даже при переходе небольшого количества растворённого компонента из раствора в кристаллическую фазу и обратно. С увеличением объёма системы термодинамическая модель гладко (без дополнительных условий и особенностей) переходит в классическую теорию нуклеации, в которой при образовании зародыша новой фазы концентрация раствора практически не меняется, соответственно химический потенциал растворителя и растворенного компонента остаются постоянными.

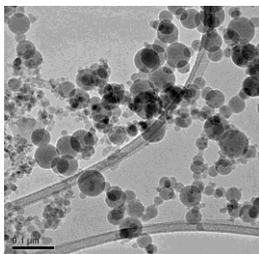
Размерные эффекты заключаются в увеличении растворимости кристаллических веществ, а также достижении высоких критических пересыщений раствора вплоть до полного термодинамического запрета кристаллизации пересыщенного раствора.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 13-03-97064-р\_поволжье\_а).*

*1. Федосеев В. Б., Федосеева Е. Н. // Письма в ЖЭТФ. 2013. Т. 97. вып.7. С. 473-478.*

## **РАЗРАБОТКА АЛМАЗНО-ГАЛЬВАНИЧЕСКОГО ИНСТРУМЕНТА НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ С УПРОЧНЕННОЙ НАНОАЛМАЗАМИ НИКЕЛЕВОЙ СВЯЗКОЙ**

Маслов А.Л., Полушин Н.И., Куркина Л.И.  
*НИТУ «МИСус», Москва*  
*anatmaslov@mail.ru*



Перспективным направлением в области гальваностегии является получение композиционного электрохимического покрытия (КЭП), где в качестве упрочняющего элемента используются нанодисперсные частицы.

В отличие от метода порошковой металлургии, гальванический метод позволяет получать инструмент без нагрева, который не снижает прочность алмазных зерен, и без применения

дорогостоящей пресс - оснастки.

В данной работе были определены оптимальные параметры процесса получения КЭП, упрочненного наноалмазами для дальнейшего их использования в производстве алмазно - гальванического инструмента, модифицированного наноалмазами.

В качестве упрочняющей фазы использовались частицы наноалмазов размером 4 - 80 нм, полученные методом детонационного синтеза.

Микротвердость чистого никелевого электрохимического покрытия при плотности тока  $1,70 \text{ А/дм}^2$  составила  $(2390 \pm 215) \text{ МПа}$ , а микротвердость КЭП с наноалмазами –  $(6720 \pm 730) \text{ МПа}$ . Таким образом, дисперсное упрочнение наноалмазами позволило увеличить микротвердость покрытий почти в 3 раза.

Была получена опытная партия алмазных трубчатых сверл, модифицированных наноалмазами. В работе использовали трубчатые

сверла диаметром 6 мм на латунной основе и алмазные зерна АС32 125/100. Испытания на износостойкость алмазного двухслойного трубчатого сверла производились в соответствии с методикой, описанной в ТУ 2-037-68-85. Износостойкость трубчатого сверла, модифицированного наноалмазами, в 6,5 раз выше, чем у обычного сверла.

Таким образом, использование наноалмазов в качестве наномодификатора позволяет намного увеличить прочностные и эксплуатационные характеристики инструмента при незначительном увеличении себестоимости такого инструмента.

### **КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ОРИЕНТИРОВАННЫХ МНОГОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК**

Москвичев А.А.

*Институт прикладной математики им. М.В. Келдыша РАН, Москва  
triboman@mail.ru*

Массивы из ориентированных многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ), в том числе и макроскопические цилиндрические структуры со стенками из радиально вытянутых МУНТ в настоящее время интенсивно изучаются и имеют большой потенциал для практического применения. Полые макроцилиндры со стенками толщиной 300-500 мкм из радиально вытянутых МУНТ можно использовать в качестве фильтрующих устройств для разделения фракций сырой нефти и фильтрации воды от бактериальных загрязнений

В настоящее время для получения массивов ориентированных МУНТ применяются несколько разновидностей метода осаждения из паровой фазы с использованием смеси «плавающего металлоорганического катализатора» (в основном ферроцена) и углеводородного прекурсора (бензола, толуола, ксилола и некоторых других) (МОСVD-метод).

Макроцилиндр привлекателен тем, что по существу представляет простейшее из устройств, которое удастся создать исключительно за счет самоорганизации МУНТ в ходе их роста на цилиндрической кварцевой подложке. Практически без дополнительной обработки он может работать как фильтрующий элемент для очистки воды от бактериальных загрязнений или в качестве сепаратора для фракционирования сырой нефти. Исключительная термическая и механическая прочность нанотрубок, большая площадь поверхности, легкость и экономически выгодное производство мембран на их основе позволит им

конкурировать с керамическими и полимерными разделительными мембранами, используемыми сегодня в коммерческих целях.

Целью настоящей работы является изучение строения макроцилиндров со стенками из радиально ориентированных МУНТ и получение на их основе композиционных фильтрующих материалов.

Проведенные исследования показали, что структура макроцилиндра имеет сложное строение. Нами было выделено четыре области (Рис. 1), в которых наблюдаются отличия в строении макроцилиндра. 1 – область, непосредственно прилегающая к кварцевой подложке (область хаотичного роста МУНТ), 2 – область волнистых прядей, 3 – область преимущественного роста радиально ориентированных МУНТ и 4 – внутренняя поверхность макроцилиндра сформированная концами МУНТ собранными в пучки. Следует отметить, что плотность упаковки нанотрубок в макроцилиндре невысока и имеется свободное пространство. Для исключения возможности фильтрации воды через свободное пространство в теле макроцилиндра, а также повышения механической прочности образцов, они были подвергнуты пропитке в композиции на основе метакрилатов с последующей полимеризацией. Эта операция, однако, приводит к появлению дополнительной проблемы, связанной с удалением остатков сформировавшегося полимера с поверхности макроцилиндров.

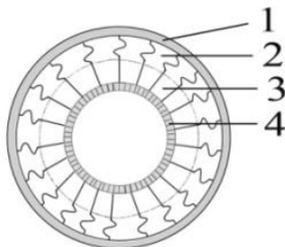


Рис. 1. Схема строения торца макроцилиндра. 1 – область, непосредственно прилегающая к кварцевой подложке (область хаотичного роста МУНТ), 2 – область волнистых прядей, 3 – область преимущественного роста радиально ориентированных МУНТ и 4 – внутренняя поверхность макроцилиндра сформированная пучками МУНТ.

Для проведения процесса фильтрации через внутренние каналы нанотрубок третьей зоны, а также удаления остатков полимера с поверхности макроцилиндров необходимо удалить первую, вторую и

четвертую зоны (рис. 1). Самым эффективным и чистым способом проведения процесса удаления разориентированных слоев, а также вскрытия торцевой поверхности нанотрубок является лазерное воздействие. Суть лазерной обработки заключается в испарении поверхностного слоя заготовки как с внешней, так и с внутренней стороны макроцилиндра.

В итоге проведенной работы был получен композиционный материал на основе цилиндров из МУНТ с заполненным метрубочным пространством и вскрытыми каналами для фильтрации. Было замечено, что через внутренние каналы нанотрубок идет селективная фильтрация ионов солей.

## **ИЗУЧЕНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ УЛЬТРАЗВУКА НА МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ НАНОГЕТЕРОСТРУКТУРЫ**

Рабинович О.И.

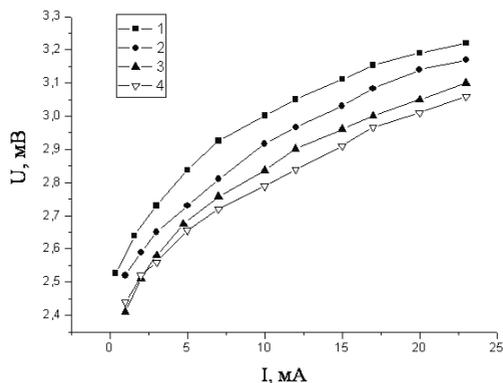
*НИТУ «МИСИС», Москва*

*rabinwork@mail.ru*

Из-за широкого использования полупроводниковых материалов и различных изделий на их основе в промышленности и электронике, актуальной становится задача создания высокоэффективных многокомпонентных наногетероструктур (МКНГ) с квантово-размерными точками и ямами-широкозонные материалы типа  $A^{III}B^V$  и  $A^{IV}B^{VI}$  (например  $AlGaInN$ ,  $GaSb$ ,  $SiC$ ). Среди первостепенных задач, стоящих перед разработчиками материалов для излучающих и силовых диодов нового поколения, особо следует выделить проблему снижения скорости деградации МКНГ при их длительной эксплуатации в различных условиях. К настоящему времени проведено большое число исследований, в которых изучалось влияние различных факторов, главным образом – тока и температуры. Данная работа посвящена исследованию влияния ультразвукового воздействия (УЗВ) на характеристики  $AlGaInN$  МКНГ с учётом изменения квантово-размерной активной области материала.

Объектами исследования являлись образцы  $AlGaInN$  МКНГ. УЗВ на МКНГ осуществлялось с помощью пьезоэлектрического преобразователя – кварцевого стержня X-среза, возбуждаемого на частоте первой гармоники. Применялись пьезокварцы с резонансными частотами  $f_p = 64$  и  $106$  кГц,  $AlGaInN$  МКНГ подвергалась попеременному воздействию ультразвуком с длительностью каждого цикла нагружения около 5 и 1.5 часов соответственно, после чего производилось снятие характеристик. Интегральная продолжительность УЗВ  $AlGaInN$  МКНГ – 7 часов. Измерялись, в частности, вольт-амперные характеристики (ВАХ) (рис. 1).

В процессе длительной эксплуатации рабочие характеристики МКНГ деградируют-изменяются относительно первоначальных. Результаты влияния УЗВ на AlGaInN МКНГ СИД показали, что уже после первой экспозиции наблюдается заметная деградация ВАХ (рис. 1).



*а, б:* 1 – исходная, 2, 3, 4 – после циклов УЗВ по 3 часа; *в, г:* 1 – исходная, 2, 3, 4 – после циклов УЗВ по 1,5 часа.

Рис. 1. Влияние УЗВ на ВАХ AlGaInN МКНГ

Изменение ВАХ во всех случаях связано с пьезоэлектрическим эффектом в МКНГ. Проводимость локальных площадок с большой напряжённостью элементов существенно выше, чем секторов барьерной структуры активной области, поэтому при больших плотностях тока через МКНГ крутизну ВАХ будут определять именно эти элементы. Точечные дефекты и кластеры дефектов приводят к изменению электрических полей. Вероятно, что УЗВ активирует примеси в AlGaInN МКНГ, в частности, донор-кислород, присутствующий в слоях  $Al_yGa_{1-y}N$ , который усиливает действие DX-центров, и может замещать атомы  $N_2$  в узлах решётки, что создаст дополнительные дефекты, вероятен распад комплексов  $Mg-H_2$ , что создаст дополнительные паразитные сопротивления в МКНГ.

**КОРРОЗИОННО-ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
НАНОРАЗМЕРНЫХ КОМПОЗИТНЫХ СЛОЕВ  
ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЬ-УГЛЕРОД**

Садиков Э.Е., Решетников С.М., Харанжевский Е.В., Кривилёв М.Д.

*Удмуртский государственный университет, Ижевск*

*smr41@mail.ru*

Изучены коррозионно-электрохимические свойства наноразмерных композитных слоев, полученных высокоскоростным лазерным спеканием ультрадисперсных порошков железо-никель-углерод. Показано, что после спекания поверхностные слои сохраняют наноразмерность исходных порошкообразных материалов.

Ранее в наших работах было показано, что наноразмерные композиты, полученные лазерным спеканием ультрадисперсных порошков железо-никель, обладают повышенной коррозионной стойкостью и более высокой катодной активностью, чем исходные железо, никель и их сплавы, полученные металлургическим путем. В лазерно-образованных слоях было показано наличие следов нестехиометрических карбидов железа и никеля. Учитывая особую роль карбидов в коррозионном и электрохимическом поведении систем железо-никель, представлялось интересным исследовать влияние углерода в виде графита на состав и свойства нанокompозитов, полученных лазерным спеканием порошков Fe-Ni-C.

РФЭС-анализ образованных спеченных слоев показал наличие в композите неокисленных железа и никеля, нестехиометрических карбидов. В поверхностном слое композита имеются также оксиды железа и никеля.

Методом снятия анодных потенциодинамических кривых в боратном буферном растворе при pH 7,4 показано, что полученные композитные слои сообщают поверхности высокую коррозионную стойкость, способность к переходу в пассивное состояние. Содержание углерода в исходном порошке не препятствует образованию оксидных поверхностных слоев и практически не сказывается на защитных свойствах композита железо-никель.

Реакция выделения водорода неоднократно изучалась на сплавах железо-никель. Наличие карбидов в наноразмерных композитах на основе переходных металлов повышают их катодную активность. При этом показано положительное влияние карбидов переходных металлов как стехиометрического, так и нестехиометрического состава.

Методом снятия потенциодинамических кривых в 0,1 М водном растворе гидроксида натрия, показано, что образованные поверхностные слои имеют более высокую катодную активность в реакции

электрохимического выделения водорода, чем изученные для сравнения железо и никель.

Наличие метастабильных наноразмерных структур приводит к повышению активности материалов системы железо-никель-углерод в реакции катодного выделения водорода с одной стороны, а с другой – к повышению коррозионной стойкости материалов, за счет присутствия на поверхности оксидных фаз железа и никеля, которые и сообщают поверхности материала изначальные пассивационные свойства.

## **ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ПЛЁНОК НАНОКОМПОЗИТОВ АЛЮМИНИЙ-КРЕМНИЙ МЕТОДОМ УЛЬТРАМЯГКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

Терехов В.А.<sup>1</sup>, Лазарук С.К.<sup>2</sup>, Занин И.Е.<sup>1</sup>, Усольцева Д.С.<sup>1</sup>,  
Степанова Н.А.<sup>1</sup>, Анисимов А.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Воронежский государственный университет, Воронеж*

<sup>2</sup>*Белорусский государственный университет информатики и радиотехники,  
Минск, Беларусь  
ftt@phys.vsu.ru*

Наноструктурированный кремний является перспективным материалом оптоэлектроники. Обычно в целях получения образцов с хорошими люминесцентными свойствами синтезируются нанокристаллы кремния, встроенные в матрицу оксида [1] либо нитрида кремния [2]. Но оксид алюминия имеет большую по сравнению с указанными материалами теплопроводность, что делает его более перспективным при работе с большими плотностями тока [3].

Было изучено 2 серии образцов с различным составом нанокompозита. Изучаемые образцы были получены путём нанесения плёнки алюминий + кремний на подложку из монокристаллического кремния методом магнетронного распыления мишени, состоящей из кремния (45 ат.% в образцах 1-ой серии и 30 ат.% - 2-ой серии) и алюминия (55 и 70 ат.% соответственно).

Для изучения фазового состава плёнок применялся метод ультрамягкой рентгеновской эмиссионной спектроскопии (USXES) и рентгенофазовый анализ.

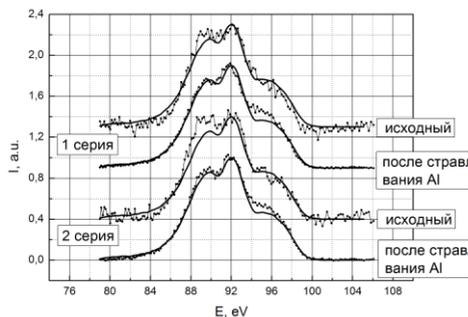


Рис.1. SiL<sub>2,3</sub> спектры плёнок композита Al-Si. Сплошной линией показан спектр кристаллического кремния.

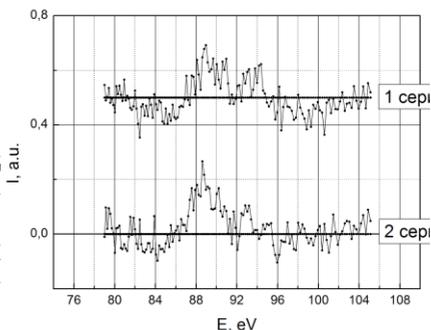


Рис.2. Разность SiL<sub>2,3</sub> спектров плёнок композита Al-Si и кристаллического кремния.

Спектры исходных нанокompозитов и образцов после стравливания Al представлены на рис.1. Они имеют форму, схожую с формой спектра кристаллического кремния (рис.1). В то же время для исходного нанокompозита наблюдается заметное увеличение интенсивности в области левого максимума плотности состояний (88-90 эВ), а также более резкий спад интенсивности у дна валентной зоны (84-85 эВ). Это хорошо видно на разностном спектре (рис. 2). После вытравливания алюминия SiL<sub>2,3</sub>-спектр кремния приближается к спектру объёмного c-Si. Этот свидетельствует об изменении энергетической структуры плотности валентных состояний нанокристаллов кремния, находящихся в матрице алюминия. Дифрактометрические исследования показали, что уменьшение содержания кремния в матрице алюминия приводит к уменьшению средних размеров нанокристаллов с 25 нм до 20 нм.

### Литература.

1. Структурные превращения и образование нанокристаллов кремния в пленках SiOx // В.Я. Братусь, В.А. Юхимчук, Л.И. Березинский, М.Я. Валах, И.П. Ворона, И.З. Индутный, Т.Т. Петренко, П.Е. Шепелявый, И.Б. Янчук // ФТП. 2001. Т. 35, вып. 7. С.854860.
2. Фотолуминесценция плёнок Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, обогащённых кремнием методом ионной имплантации // В.В. Карзанов и др. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. 2010. № 5 (2). С. 298–301.
3. Электролюминесценция наноструктурированного кремния в матрице анодного оксида алюминия // С.К. Лазарук и др. // ФТП 2007. том 41. вып. 9. С. 1126-1129

## ЗАВИСИМОСТЬ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТОВ $\text{Co}_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ ОТ УСЛОВИЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Филатов М.С., Каширин М.А., Стогней О.В.

Воронежский государственный технический университет, Воронеж  
36nord36@mail.ru

Нанокomпозиты представляют собой перспективный материал для создания защитных и антикоррозионных покрытий, поэтому исследование влияния различных внешних воздействий на них, является актуальной задачей. В данной работе исследовалось влияние термических отжигов, проводимых в различных условиях, на микротвердость ( $H_k$ ) нанокomпозитов  $\text{Co}_x-(\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$  в интервале концентраций 60–87 ат. % кобальта. Образцы для исследования, полученные методом ионно-лучевого распыления составной мишени, представляли собой гранулированные нанокomпозиты металл-диэлектрик  $\text{Co}_x-(\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ .

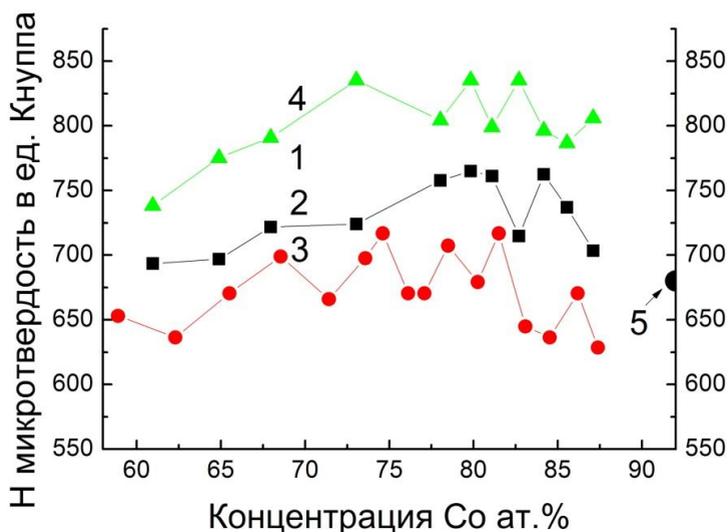


Рисунок 1 - Концентрационная зависимость микротвердости  $H_v$  гранулированного композита  $\text{Co}_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ ; 1 - исходные образцы, 2 - после отжига в вакууме при  $300^\circ\text{C}$  10 минут, 3 - после отжига на воздухе при  $300^\circ\text{C}$  10 минут, 4 - после отжига в  $\text{H}_2$  плазме, 5 - микротвердость чистого Co.

Микротвердость полученных покрытий исследовалась с помощью индентора Кнупа. На рисунке 1 приведена концентрационная зависимость микротвердости нанокompозитов  $\text{Co}_x\text{-(Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$  в исходном состоянии и после отжига.

Как видно из рисунка 1,  $H_k$  исходных образцов, с ростом концентрации кобальта, плавно возрастает (кривая 1). После отжига, проведенного в вакууме при температуре  $300^\circ\text{C}$  в течение 10 минут, значения микротвердости нанокompозитов снижаются (кривая 2) практически во всем интервале составов. Отжиг нанокompозитов на воздухе (помимо термического воздействия возможно дополнительное окисление), при температуре  $300^\circ\text{C}$  в течение 10 минут, также приводит к уменьшению  $H_k$  (кривая 3), причем это снижение носит более радикальный характер. Предположительно это связано с тем, что при отжиге происходит окисление металлической фазы и, следовательно, образование оксида кобальта на границе металл-керамика. Вследствие этого микротвердость нанокompозитов снижается. Отжиг исходных образцов, проведенный с помощью высокочастотной водородной плазмы, приводит к противоположному результату.

Значения микротвердости выросли относительно исходных значений (кривая 4), причем рост наблюдается практически во всем концентрационном интервале (60–87 ат. %). По всей видимости, микротвердость композитов выросла, вследствие водородного восстановления кобальта из его оксида. При этом произошло упрочнение интерфейса металл-керамика. Характерно, что наибольшее увеличение микротвердости произошло в композитах с меньшей долей металлической фазы (60 – 76 ат. % Co), в которых межфазная граница занимает большую долю объема.

## **ПОЛИМЕР-ИММОБИЛИЗОВАННЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫЕ МЕТОДОМ НЕСТАЦИОНАРНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА**

Беспалова Ж.И., Храменкова А.В.

*Южно-Российский государственный технический университет,*

*Новочеркасск*

*anna.srstu@gmail.com*

Одним из перспективных направлений в области электрохимического синтеза сложных оксидных материалов является разработка композиционных материалов, представляющих собой оксидные полимер-иммобилизованные системы. Полимер -

иммобилизованные композиционные материалы на основе оксидов переходных металлов обладают такими важными функциональными свойствами как редокс - проводимость, сенсорные и каталитические свойства. Это и обуславливает их широкий спектр практического приложения от катализаторов до нанотехнологии в информационной технике.

В настоящей работе представлены результаты исследований по получению полимер-иммобилизованных покрытий на поверхности стали на основе оксидов молибдена, кобальта, никеля и железа, осажденных из водных растворов их солей с использованием метода нестационарного электролиза.

Формирование покрытий проводили при средней плотности тока  $0,1-0,9 \text{ А} \cdot \text{дм}^{-2}$ , температуре  $65 - 70^\circ\text{C}$ , pH 4, времени нанесения 60 мин из водных растворов электролита, содержащих сульфаты железа (II), кобальта, никеля, гептамолибдат аммония, борную и лимонную кислоты, а также природный полимер - желатин, обладающий необходимым комплексом свойств для иммобилизации оксидов металлов. Электролизером служила стеклянная термостатированная ячейка, в которую помещали рабочий электрод, противоэлектрод - нержавеющую сталь и магнитную мешалку.

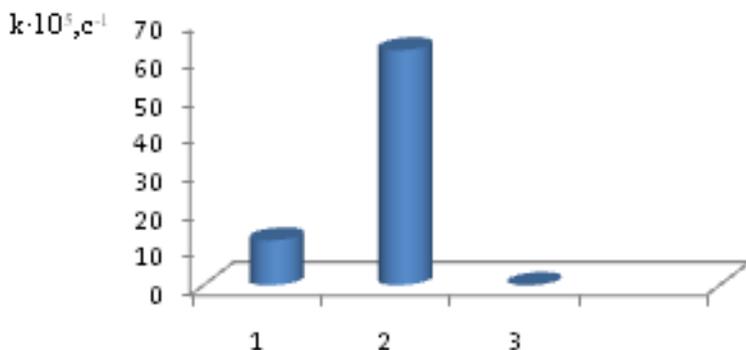


Рис. 1. Константа скорости (k) разложения пероксида водорода при использовании в качестве катализатора: композиционных (1) и полимер-иммобилизованных (2) оксидных покрытий и чистой стали (3).

Исследования фазового состава оксидных композиционных покрытий в виде дисперсных порошков с помощью порошкового

рентгеновского дифрактометра ARL X'tra и просвечивающего электронного микроскопа LEM – 100 CX показали, что основными фазами вещества покрытий являются оксиды молибдена ( $\text{MoO}_3$ ,  $\text{MoO}_2$ ,  $\text{Mo}_{18}\text{O}_{52}$ ,  $\text{Mo}_4\text{O}_{11}$ ), шпинели ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ,  $(\text{Co,Ni})\text{Fe}_2\text{O}_4$ ) и молибдаты кобальта, никеля и железа ( $\text{CoMoO}_4$ ,  $\text{NiMoO}_4$ ,  $\text{FeMoO}_4$ ). Факт иммобилизации этих соединений в полимерную матрицу был установлен с использованием метода ИК - спектроскопии на приборе Varian 3100 FT – IR Exalibur Series. Наиболее активными каталитическими фазами полученного композиционного покрытия, обладающими большой селективностью, являются оксиды  $\text{Mo}_{18}\text{O}_{52}$ ,  $\text{Mo}_4\text{O}_{11}$  и  $\text{MoO}_3$ .

Каталитическую активность полученного композиционного материала исследовали газометрическим методом в процессе каталитического разложения 20% раствора пероксида водорода (рис. 1). Как видно из рис.1, полимер-иммобилизованные оксидные материалы обладают наибольшей каталитической активностью.

Таким образом, совокупность полученных результатов позволяет заключить, что сформированные на твердом носителе полимер-иммобилизованные композиционные оксидные материалы можно рассматривать как эффективные гетерогенные катализаторы.

## **РАЗРАБОТКА СОСТАВОВ И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ КОНСТРУКЦИОННОГО НАЗНАЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ МЕДИ И НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО УГЛЕРОДА**

**Щетинин Ю.А.<sup>1</sup>, Астрединов В.М.<sup>1</sup>, Ваганов В.Е.<sup>2</sup>**

*<sup>1</sup>Открытое акционерное общество «Конструкторское бюро  
химавтоматики», Воронеж*

*<sup>2</sup>Владимирский государственный университет им.А.Г. и Н.Г. Столетовых,  
Владимир*

*yurii.kbxa@yandex.ru, viktor.vaganov@vlsu.ru*

Ключевым проблемным вопросом при создании жидкостных ракетных двигателей является обеспечение работоспособности «горячих агрегатов» - камер сгорания, газогенераторов, теплообменников. К конструкционным материалам для их изготовления предъявляются следующие требования: высокие теплопроводность, жаропрочность и жаростойкость. Указанным требованиям отвечают жаропрочные бронзы в сочетании с теплозащитными покрытиями. Чистая медь, имеющая

теплопроводность 380 Вт/м·К, не обладает достаточной жаропрочностью, так как способна пластически деформироваться при относительно низких напряжениях и при температурах порядка 0,4-0,5 от температуры плавления. Введение в металлическую матрицу наноразмерных частиц различных материалов позволяет существенно увеличить жаропрочность, достигнув температурного порога рекристаллизации и разупрочнения порядка 0,95 от температуры плавления, сохранив при этом высокую теплопроводность.

Для экспериментов в настоящем исследовании применялась порошковая медь ПМС-1 (размер до 63 мкм по ГОСТ 4960), дополнительно выделенной фракцией менее 40 мкм и наноразмерная медь (50нм ТУ 1791-003-36280340-2008).

Упрочняющие составляющие – малослойные углеродные нанотрубки (УНТ), нановолокна и фуллерены ( $C_{60}$ ). Подготовку смесей металлического порошка и углеродных наноструктур осуществляли с применением технологий мокрого смешения.

Смесь медного порошка и малослойных УНТ готовили по технологии пропитки суспензией. Для получения уплотнённых образцов перед прессованием проводили вакуумный отжиг подготовленной смеси порошков и предварительное прессование.

В результате были получены спеченные образцы в виде небольших дисков диаметром ~ 27,5 мм, высотой ~6 мм, плотностью ~7,2 г/см<sup>3</sup> (81 % от плотности чистой меди).

Дальнейшее уплотнение заготовок, до плотности близкой к теоретической, проводилось в газостате при следующих параметрах обработки:  $T=950\text{ }^{\circ}\text{C}$  (1223К), давление аргона  $P=130\text{ МПа}$  (1300 кгс/см<sup>2</sup>). Время выдержки на режиме – 3 часа

Исследование термической стабильности и оценка деформационной способности материала, а также влияние деформационного упрочнения на механические свойства материала (твёрдость) выполнены на выше указанных модельных образцах.

Из полученных результатов, прежде всего следует, что разупрочнение нанокомпозитов изготовленных на основе наноразмерной меди наступает значительно при более высоких температурах. Важно подчеркнуть, что данное свойство характерно для композитов, в которых упрочняющими частицами являются как фуллерены, так и УНТ.

Как уже отмечалось, разрабатываемые сплавы предполагается в дальнейшем использовать в качестве конструкционных материалов подвергающихся деформационным и термическим воздействиям. В связи с этим были проведены исследования образцов медных нанокompозитов подвергнутых деформационной обработке и отжигу.

Выполненные исследования позволяют заключить, что образцы, упрочненные УНТ обладают повышенной термической стабильностью даже после деформационных воздействий перед отжигом.

---

## ***СЕКЦИЯ 5***

***Инновационные применения  
нанотехнологий (энергетика,  
машиностроение, медицина и др.)  
и развитие методов аттестации  
наноматериалов***

---

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

### **НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОРОШКИ ДЛЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ**

Петрунин В.Ф., Попов В.В., Гречишников С.И., Коровин С.А.

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва  
VFPetrinin@mephi.ru*

Особенности структуры и свойств нанокристаллических порошков представляют возможность разработать новые и усовершенствовать используемые в атомной промышленности материалы. Имея это ввиду, чтобы получать нанокристаллические порошки в широком ассортименте, были использованы различные методы изготовления ультрадисперсных (нано-) порошков (химический золь-гель, испарение-конденсация, механо-химическое измельчение, плазмо-химическая обработка, и т.п.) [1].

Экспериментально показана перспективность использования нанопорошков для модернизации технологии уран-содержащего материала топлива ядерных реакторов и улучшить значения его параметров. Добавление 5-10% нанокристаллического порошка диоксида урана к традиционному крупнокристаллическому позволяет уменьшить температуру спекания до 15% или увеличить размер зерна с 8-10 мкм до 25-30 мкм [2]. В последнем случае срок эксплуатации топливных таблеток продлевается на 50 %.

Аналогичные перспективы показаны для технологии модернизации нейтронопоглощающих таблеток контролирующих стержней путем замены используемого карбида бора на титанат или гафнат диспрозия. Именно в нанокристаллическом состоянии эти порошки представляют возможность спекать их и получить компактные таблетки с плотностью 8,2-8,4 г/см<sup>3</sup> для автоматической системы защиты ядерного реактора [3]. Ресурс таблеток из гафната диспрозия 18-20 лет вместо 4-5 лет для карбида бора.

Чтобы поднять уровень радиационной стойкости конструкционных материалов атомных станций предложено усилить прочность феррит-мартенситных сталей добавками ультрадисперсных (нанокристаллических) порошков [4]. Нанопорошок с размерами частиц 560 нм и кристаллитов 9 нм был изготовлен методом химического соосаждения. Экспериментальные образцы нанодисперсионноупрочненной стали были изготовлены с помощью горячей экструзии. Микроскопические исследования показали, что

нанокристаллиты (5-10 нм) оксида иттрия расположены внутри зерен феррита, а несколько наночастиц по границам зерен.

Чтобы облегчить контейнер для транспорта и хранения отработанного ядерного топлива был разработан новый бор-алюминиевый сплав, названный как борал. Этот композит, состоящий из алюминия, бор-содержащего нанопрошка и оксидов тяжелых металлов, может заменить используемую нержавеющую сталь [5]. Транспортный контейнер, разработанный из борала позволит увеличить емкость на 10-30% и усилить радиационную безопасность, улучшить экологическую обстановку вокруг хранилищ и транспортных средств ядерного топлива.

1. Петрунин В.Ф. Развитие работ в области наноматериалов и нанотехнологий в атомной отрасли // Ядерная физика и инжиниринг, 2011.

2. Петрунин В.Ф., Малыгин В.Б., Федотов А.В. Способ изготовления керамических топливных таблеток ядерных реакторов // Патент РФ №2186431, 27.07.2002.

3. Петрунин В.Ф., Попов В.В., Коровин С.А. Закономерности образования нанокристаллических частиц в диоксидах металлов // ЖНХ, 2010, т. 55, №10, с. 1604-1610.

4. Агеев В.С., Петрунин В.Ф., Попов В.В. и др. Использование методов металлургии для изготовления оболочек ТВЭЛОВ из дисперсно-упрочненных оксидами жаропрочных ферритно-мартенситных сталей // Сб. науч. трудов МИФИ, 2007, №9, с. 203-204.

5. Гульбин В.Н., Петрунин В.Ф. Нанокompозитный бор-содержащий сплав // IV Межд. ядер. форум, сент. 2009, с. 36-39.

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**СИНТЕЗ КОМПОЗИТОВ ОПАЛ-ФОТОРЕЗИСТ, ИВЕРТИРОВАННЫХ СТРУКТУР И СРЕД С ПЕРИОДИЧЕСКИМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ЦЕНТРОВ СВЕЧЕНИЯ НА ИХ ОСНОВЕ**

Климонский С.О.<sup>1</sup>, Бахия Т.<sup>1</sup>, Бородинов Н.С.<sup>1</sup>,

Верещагина Н.Ю.<sup>2</sup>, Кнотько А.В.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва

<sup>2</sup>РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва

*klim@inorg.chem.msu.ru*

Создание оптических сред с периодическим распределением центров поглощения или свечения (ПРЦП- и ПРЦС-сред) представляет собой новое перспективное направление в физике, химии и технологии фотоннокристаллических материалов и световодных микроструктур. Уже

известны примеры изготовления одно- и двумерных структур подобного типа [1-4], применимых для создания быстрых оптических переключателей [1] и микроскопических ячеек, осуществляющих пространственное разделение света разных длин волн [4]. В настоящей работе рассматриваются возможности использования структур опалового типа для получения трехмерных ПРЦС-сред. Сообщается о синтезе люминесцентных фотонных кристаллов опалового типа, люминесцентных композитов опал-фоторезист, инвертированных структур и ПРЦС-сред на их основе. Пленки опалового типа были изготовлены методом вертикального осаждения коллоидных микрочастиц диоксида кремния, которые, в свою очередь, синтезировались с помощью многостадийной модификации метода Штобера [5]. Используемый фоторезист ЕТРТА применялся как для нивелирования оптического контраста структур из диоксида кремния, так и для их инвертирования. В качестве центров свечения были использованы полупроводниковые квантовые точки и металл-органические комплексы с редкоземельными элементами. Полученные структуры были исследованы методами оптической и электронной микроскопии, оптической и люминесцентной спектроскопии.

*Работа выполняется при поддержке гранта РФФИ № 13-03-91151-ГФЕН\_а.*

#### *Список литературы*

- [1] J. P. Prineas, J. Y. Zhou, J. Kuhl, H. M. Gibbs, G. Khitrova, S. W. Koch, A. Knorr. Appl. Phys. Lett. 81, 4332 (2002).
- [2] J.T. Li, B. Liang, Y.K. Liu, P.Q. Zhang, J.Y. Zhou, S.O. Klimonsky, A.S. Slesarev, Yu.D. Tretyakov, L. O'Faolain, T.F. Krauss. Advanced Materials 22, 2676 (2010).
- [3] M. Feng, Y. Liu, Y. Li, X. Xie, J. Zhou. Optics Express 19, 7222 (2011).
- [4] Y.K. Liu, S.C. Wang, Y.Y. Li, L.Y. Song, X.S. Xie, M.N. Feng, Z.M. Xiao, S.Z. Deng, J.Y. Zhou, J.T. Li, K.S. Wong, T.F. Krauss. Light: Science & Applications 2, e52 (2013).
- [5] V.M. Masalov, N.S. Sukhinina, E.A. Kudrenko and G.A. Emelchenko. Nanotechnology 22, 275718 (2011).

ПРИГЛАШЕННЫЙ ДОКЛАД

**ВОДНЫЕ КОЛЛОИДНЫЕ РАСТВОРЫ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК ДЛЯ  
ЦИТОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ В МЕДИЦИНЕ**

Ремпель С.В., Александрова Н.Н., Подкорытова А.А.,

Кожевникова Н.С., Ремпель А.А.

*Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург*

*svetlana\_rempel@ihim.uran.ru*

В работе исследована возможность использования нового класса флуорофоров на основе соединений  $A^{II}B^{VI}$  в цитологии. К таким флуорофорам относятся квантовые точки (КТ). Большой научный и практический интерес представляют КТ в виде коллоидных растворов. В частности, они могут применяться для регистрации биомедицинских параметров [1,2]. В последнее время перспективным флуорофором становятся квантовые точки на основе сульфида кадмия (КТ CdS), стабилизированные биологически инертным соединением - динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA). Поскольку для применения в медицине не допускается использование токсичных растворителей, то в данной работе в качестве растворителя была использована дистиллированная вода.

Флуоресценция КТ CdS в водных растворах, полученных методом химической конденсации, имеет ряд особенностей. В работе исследована абсорбция и флуоресценция квантовых точек сульфида кадмия. Обнаружена связь спектров флуоресценции с неупорядоченной плотноупакованной структурой КТ и дисперсией по размерам [3]. Наблюдается эффект концентрационного тушения флуоресценции коллоидного водного раствора CdS при концентрации наночастиц более 3.25 мМ. Определены оптимальные концентрации КТ для получения максимального квантового выхода и наиболее эффективного применения в качестве флуоресцентных меток для изучения клеточных культур.

Для исследованных КТ одним из механизмов тушения флуоресценции является эффект Фёрстера. Однако этот же эффект лежит в основе стимулированной флуоресценции. Выполнение всех условий, необходимых для передачи энергии от донора – КТ CdS к акцептору – органическое вещество биологической клетки, позволяет использовать КТ CdS в качестве флуоресцентных меток для методов прямой иммунофлуоресценции. С помощью КТ CdS наблюдалось влияние вирусной репродукции на внутреннюю структуру клеток.

*Авторы выражают благодарность Шуру В. Я. и УЦКП за помощь в проведении экспериментов. Работа поддержана в рамках проектов РФФИ № 11-03-00257, РФФИ Урал № 13-04-96069а и проекта Уральского отделения РАН 12-П-234-2003, выполняемого по программе*

- [1] Ремпель С.В., Кожевникова Н.С., Александрова Н.Н., Ремпель А.А. Доклады Академии наук. Т. 440. № 1. С. 56. (2011).
- [2] Кочергинская П. Б., Романова А. В., Прохоренко И. А., Иткис Д. М., Коршун В. А., Гудилин Е. А., Третьяков Ю. Д. Успехи химии. Успехи химии. Т. 80. № 12. С. 1263. (2011).
- [3] Ремпель С.В., Разводов А.А., Небогатиков М.С., Шишкина Е.В., Шур В.Я., Ремпель А.А. ФТТ. Т. 55. № 3. С. 567-571. (2013).

**ОБРАЗОВАНИЕ ГИБРИДНЫХ МИКРОСФЕР ПО МЕХАНИЗМУ ПАР-ЖИДКОСТЬ-ТВЕРДОЕ В УСЛОВИЯХ КАПИЛЛЯРНОЙ НЕУСТОЙЧИВОСТИ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В КАЧЕСТВЕ МЕТАМАТЕРИАЛОВ ТЕРРАГЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНА**

Башарин А.Ю.<sup>1</sup>, Башарин А.А.<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Объединенный институт высоких температур РАН, Москва

<sup>2</sup>Национальный исследовательский университет "МЭИ", Москва

<sup>3</sup>*Institute of electronic structure and laser (IESL), Foundation for Research and Technology hellas (FORTH), Crete, Greece*  
*ayb@iht.mpei.ac.ru, iul87@mail.ru*

Предложены новые гибридные метаматериалы ТГц диапазона электромагнитного спектра, выполненные в виде микросфер (МСФ), состоящих из поляритонного материала и углерода, одиночные и объединенные в ансамбли. По расчетам гибридная МСФ имеет приемлемую диэлектрическую проницаемость при малых диэлектрических потерях. Тороидный резонанс предсказывается для МСФ с нарушениями топологии (выемкой).

Осаждением из смеси паров углерода с бором на шероховатых гранях алмаза при давлении газовой смеси 30 МПа получены модельные МСФ диаметром 1-20 мкм. Сферическая форма МСФ с краевым углом смачивания более 160° и выемкой, как установлено, связаны с тем, что в области контакта жидкой капли и алмаза формируется наноструктурированная пена, которая покрывает алмаз супергидрофобной пленкой. Исследована структура гибридных МСФ В4С - С методом просвечивающей электронной микроскопии и показано монокристаллическая структура карбида бора, рассмотрены вопросы самоорганизации при росте из жидкого раствора пен, новые механизмы изгиба и ветвления графеновых лент и дендритного роста, определяющие сферическую форму частицы, капиллярная конденсация и устойчивость

жидких капель на супергидрофобных структурах, возможности управление составом гибридных МСФ. Представлены результаты электродинамического моделирования распределений электромагнитных полей и условий резонансов для МСФ в терагерцовом диапазоне электромагнитного спектра.

*Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 13-02-00732 и 13-08-01278, ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (Соглашение № 14.В37.21.1211).*

## **ВЫСОКОПЛОТНЫЕ ОКСИДНЫЕ НАНОКЕРАМИКИ: ПОЛУЧЕНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

Гижевский Б.А., Наумов С.В., Пилогин В.П., Номерованная Л.В.,  
Мостовщикова Е.В., Махнев А.А., Телегин А.В.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург*

*gizhevskii@imp.uran.ru*

Объемные оксидные нанокерамики (НК) востребованы во многих отраслях техники, в частности, для создания лазерных сред, элементов пассивной оптики, электродов топливных элементов, детекторов излучения и пр. Стандартный путь получения НК - приготовление нанопорошков соответствующего состава и дальнейшее компактирование и отжиги. Однако при этом возможны рост зерна и утрата некоторых свойств наноматериала. Достижение высокой плотности также остается проблематичным. В настоящей работе используются взрывные технологии и высокие статические давления для получения высокоплотных НК функционального назначения на основе оксидов 3-d элементов. Измерены оптические свойства НК в широкой спектральной области с целью выяснения особенностей электронной структуры оксидных НК по сравнению с монокристаллами.

НК  $\text{CuO}$  получена методом взрывного ударно-волнового нагружения в сферической (РФЯЦ-ВНИИТФ) и в цилиндрической конфигурации. По данным сканирующей туннельной микроскопии, а также из анализа уширения рентгеновских дифракционных линий размеры нанокристаллитов составляют 15-90 nm. Плотность при этом достигает 99% от теоретической. Ударно-волновым нагружением в цилиндрической конфигурации получена НК  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ . Методом кручения под давлением до 10 GPa приготовлены прозрачные в ИК области спектра НК на основе оксидов меди,  $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{FeVO}_3$ ,  $\text{GaY}_2\text{GeO}_{12}$ . Исходным материалом для приготовления НК служили

крупнозернистые порошки соответствующих соединений. В случае  $\text{FeVO}_3$  использовались размолотые монокристаллы.

Высокая плотность и качество поверхности позволили провести измерения ИК спектров поглощения, а также эллипсометрические измерения в области фундаментального поглощения. В ИК спектрах выявлены полосы, связанные с дефектами стехиометрии. Присутствие в оксидных НК высокой концентрации катионов с валентностью, отличной от основной, подтверждается данными рентгеновской фотоэлектронной и абсорбционной спектроскопии. Край фундаментального поглощения НК размыт и смещен к малым энергиям в сравнении с монокристаллами. Таким образом возможна модификация в определенных пределах окна прозрачности оптических НК. Эллипсометрические измерения НК  $\text{CuO}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ , свидетельствуют о перераспределении спектральной плотности из области выше края фундаментального поглощения в низкоэнергетическую область и изменении интенсивностей полос фундаментального поглощения по сравнению с крупнозернистыми образцами, что связано с особенностями электронной структуры оксидных наноматериалов и их высокой дефектностью. Измерены оптические спектры керамики  $\text{Cu}_2\text{O}$  с субмикронным размером зерна, полученной отжигом наноструктурированных образцов  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Отжиги оксидных НК при температурах, не приводящих к росту зерна, уменьшают коэффициент поглощения в ИК области, вследствие уменьшения напряжений решетки и приближения состава к стехиометрическому.

Проведенные исследования показывают перспективность использования методов динамических и квазистатических деформаций для получения объемных оксидных наноматериалов, в том числе оптических нанокерамик. Результаты оптических исследований указывают на определяющую роль дефектов стехиометрии, зарядовой неоднородности и экранирования в формировании особенностей электронной структуры оксидных НК при размерах нанокристаллитов вне пределов проявления квантового размерного эффекта.

*Работа поддержана Программой ОФН РАН №12-Т-2-1005, РФФИ, проекты 11-02-00256, 11-02-00166, 12-02-31505, проектом УрО РАН № 12-М-23-2032.*

## НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ НЕИНВАЗИВНОЙ БИМЕДИЦИНСКОЙ ДИАГНОСТИКИ

Гудилин Е.А., Семенова А.А., Браже Н.А., Максимов Г.В.

МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
Goodilin@gmail.com,

Одним из перспективных направлений современных исследований является разработка способов синтеза наноструктурированных материалов для биомедицинских приложений, таких как диагностика, визуализация, терапия и доставка лекарств. В последнее время значительно вырос интерес к спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) как универсальному методу для анализа биологических молекул и живых клеток. К основным

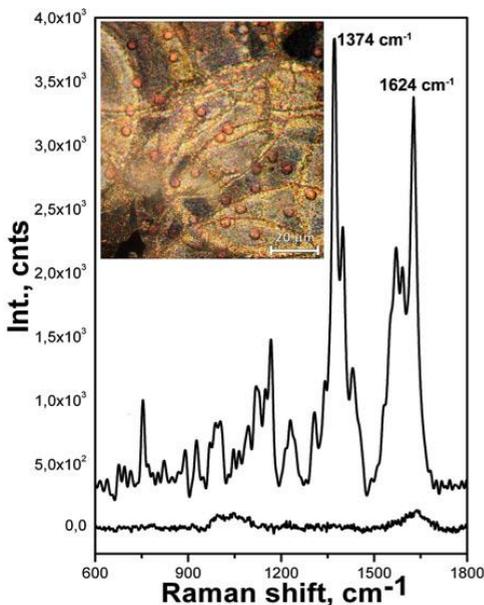


Рис.1. ГКР – свойства наноструктурированной пленки из пересекающихся серебряных колец, полученной с использованием ультразвукового аэрозоля в применении к неразрушающему анализу живых эритроцитов

преимуществам метода относят высокую чувствительность, качественное определение молекул по характеристическим спектрам, простоту пробоподготовки.

В случае исследования живых клеток возникает ряд существенных и пока еще не решенных проблем, связанных с поиском эффективных, неинвазивных и воспроизводимых методов исследования, обладающих высокой селективностью и информативностью.

В докладе рассмотрена взаимосвязь между особенностями синтеза наноструктурированных материалов на основе металлического серебра, их морфологией (сферической, нитевидной, кубической, пластинчатой и более сложной морфологии частиц, а также иерархически организованных структур), оптическими свойствами и эффективностью

их использования для анализа живых клеток методом ГКР-спектроскопии.

*Работа выполнена в рамках проекта РФФИ № 13-03-12190 - офи, в рамках ФЦП развития инфраструктуры наноиндустрии, программ Президиума РАН 2013 – 2014 года.*

## **XPS ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЖАТОМНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ В МНОГОСЛОЙНЫХ НАНОСТРУКТУРАХ $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}/\text{a-Si})_{40}$ И**

**$(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}/\text{SiO}_2)_{32}$**

Домашевская Э.П.<sup>1</sup>, Чернышев А.В.<sup>1</sup>, Турищев С.Ю.<sup>1</sup>,

Калинин Ю.Е.<sup>2</sup>, Ситников А.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Воронежский государственный университет, Воронеж*

<sup>2</sup>*Воронежский государственный технический университет, Воронеж*

*ftt@phys.vsu.ru*

В связи с развитием спиновой электроники все больше внимания уделяется наноструктурам, содержащим контактирующие магнитные и немагнитные слои. Металлические гранулы размером в несколько нанометров, внедрённые в немагнитные металлические или диэлектрические матрицы, проявляют интересные физические свойства, среди которых гигантское магнетосопротивление (ГМС) и спин-зависимое электронное туннелирование, аномальный эффект Холла и другие эффекты

Ранее были обнаружены особенности магнитных и магнитотранспортных свойств многослойных наноструктур (МНС)  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}/\text{a-Si})_n$ , предположительно обусловленные наличием межслоевых микроконтактов, обеспечивающих антиферромагнитное взаимодействие гранул соседних слоев.

В данной работе мы исследовали характер межатомного взаимодействия в нанослоях и между слоями, а также химическое состояние элементов в аналогичных аморфных МНС  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}/\text{a-Si})_{40}$  и  $(\text{Co}_{45}\text{Fe}_{45}\text{Zr}_{10}/\text{SiO}_2)_{32}$  с различными толщинами металлических и неметаллических слоев и различными прослойками a-Si и SiO<sub>2</sub>, полученных методом ионно-лучевого распыления, с помощью метода рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (XPS) на синхротроне BESSY II в Берлине. Результаты исследований основных и валентных состояний показали, что в поверхностных металлических слоях МНС металлы Co, Fe, Zr находятся как в элементарном, так и в окисленном состоянии (левая панель Рис. 1). Кроме того оказалось, что прослойки предполагаемого состава SiO<sub>2</sub> и a-Si имеют одинаковый химический состав, близкий к нестехиометрическому оксиду кремния. После ионного

травления в атмосфере Ar в течение часа в камере подготовки образцов все окисленные металлы, входящие в состав образцов, изменили свое состояние на металлическое. Таким образом, можно считать, что с помощью ионного травления был удален поверхностный слой МНС с окисленными металлами, а следующие слои содержат преимущественно неокисленные металлы, о чем свидетельствует резкий обрыв плотности валентных состояний на уровне Ферми и изменение энергий связи основных уровней на правой панели Рисунка 1

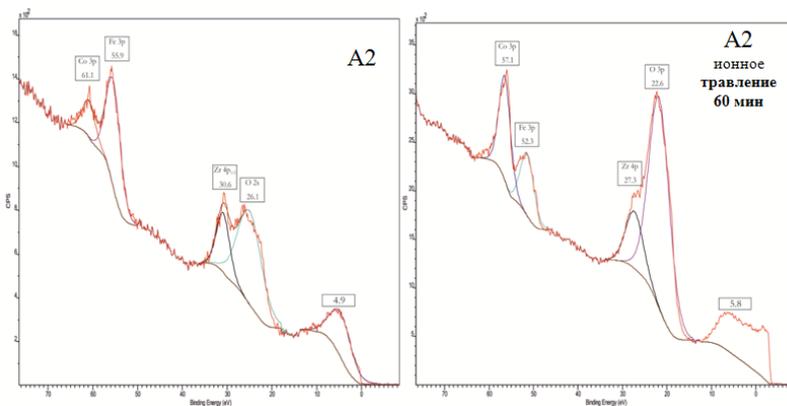


Рис. 1. XPS валентных и основных состояний для образца A2 ((Co<sub>45</sub>Fe<sub>45</sub>Zr<sub>10</sub>/a-Si)<sub>40</sub>) с прослойкой из аморфного кремния, зарегистрированные до и после ионного травления

## ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ НАНОСЦИНТИЛЛЯТОРОВ В ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГЕТИКЕ, МЕДИЦИНСКОЙ ДИАГНОСТИКЕ И ТЕРАПИИ

Классен Н.В., Кедров В.В., Курлов В.Н., Шмытько И.М.,  
Шмурак С.З., Шахрай О.А.

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка  
klassen@issp.ac.ru*

Благодаря тому, что в наноматериалах расстояние от любой точки до ближайшей границы сопоставимо с характерными электронными и атомарными масштабами (длины свободных пробегов, размеры волновых функций, протяженность полей деформаций от структурных дефектов и т.д.), в поведении этих материалов наблюдается множество особенностей, не свойственных их более крупным аналогам. Например, при взаимодействии с ионизирующими излучениями наночастицы

(включая и наносцинтилляторы) способны сохранять стабильность своей структуры и свойств при таких интенсивностях и дозах облучения, которые на много порядков превышают уровни радиационной прочности объемных кристаллов. Это объясняется эффективной аннигиляцией радиационных дефектов вследствие их быстрого диффундирования на поверхность частицы. Такое преимущество наносцинтилляторов позволяет использовать их для контроля радиационных потоков большой интенсивности, которые формируются, например, в активных зонах ядерных реакторов. Так как быстродействие сцинтилляторов на несколько порядков лучше, чем у используемых сейчас в ядерной энергетике детекторов прямого заряда, термоэлектрических и др., эффективность и надежность реакторных систем автоматического контроля и управления могут быть значительно улучшены за счет применения сцинтилляционных наночастиц. Кроме того, послойное размещение наносцинтилляторов разных типов на боковых поверхностях радиационно прочных сапфировых световодов позволяет дифференцированно диагностировать пространственные распределения разных видов излучений – гамма, бета, альфа, быстрых и тепловых нейтронов, что открывает новые возможности для детального изучения внутриреакторных процессов и, соответственно, оптимизации конструкций и режимов эксплуатации реакторов и других объектов ядерной энергетике. В процессах релаксации быстрых электронов, генерированных в наночастицах ионизирующими излучениями, преобладают столкновения с относительно мягким приповерхностным потенциалом, благодаря чему энергии вторичных гамма-квантов и электронов значительно снижаются. Это приводит к многократному уменьшению поперечных размеров возбужденных областей и, соответственно, существенному улучшению пространственных разрешений радиационных детекторов. Благодаря этому разрешение просвечивающих рентгеновских установок для медицинской диагностики или дефектоскопии материалов за счет использования наносцинтилляторов может быть улучшено до микронных масштабов, что является существенным прогрессом по сравнению с десятками микрон, характерными для нынешних диагностических систем. Это, в частности, позволит обнаруживать опухоли и другие внутренние патологии на ранних стадиях их зарождения, существенно повышая эффективность последующего лечения. Сочетание микрокапиллярных сапфировых игл с наносцинтилляторами дает возможность не только своевременно обнаруживать зарождающиеся патологии, но и экспрессно определять их природу с помощью локальной оптической спектроскопии. В этом случае функционализированные наночастицы будут

играть роль биочипа, доставляемого непосредственно к опухоли или другой патологии. Подобная экспресс-диагностика дает возможность сразу же без изменения положения иглы адресно проводить через ее осевой капилляр необходимую радиационную и химическую терапию. Кроме того, доставленные к опухоли тяжелые наночастицы могут служить трансляторами терапевтического воздействия гамма – излучения, обеспечивая избирательное разрушение больных клеток без повреждения прилегающих здоровых тканей.

**ВОЗМОЖНОСТИ ПОДХОДА, ОСНОВАННОГО НА  
КОМБИНИРОВАНИИ ДАННЫХ, ПОЛУЧЕННЫХ  
ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКИМИ И  
РЕНТГЕНОДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ДЛЯ  
РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ КРИСТАЛЛОГРАФИИ НАНОМАТЕРИАЛОВ**

Клечковская В.В., Имамов Р.М.

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва  
klechvv@ns.crys.ras.ru*

В настоящее время объектами всестороннего исследования ученых многих стран являются наноразмерные структуры и различные наноконпозиты на их основе в связи с перспективностью их использования в микро- и наноэлектронике, для решения ряда задач, связанных с разработкой методов формирования и нанесения упорядоченных органических и биоорганических пленок, а также биомолекулярной кристаллографии. Несмотря на огромные успехи, достигнутые в технологии выращивания наногетероструктур и создания различных наноконпозитов, остается ряд нерешенных задач в этой области, требующих углубления наших знаний о таких объектах, прежде всего об особенностях их строения. Таким образом развитие технологий получения наноразмерных материалов стимулирует усовершенствование не только технологических процессов создания наногетероструктур с новыми свойствами, но и усовершенствование и разработку новых подходов к исследованию их строения и контроля параметров. Для получения достоверной информации о строении наногетероструктур и наноконпозитов привлекаются методы, основанные на различных физических явлениях. Среди наиболее перспективных оказались методы рентгеновской и электронной дифракции и электронной микроскопии высокого разрешения.

На примере изучения строения новых метаморфных наногетероструктур на основе InAlAs/InGaAs/InAlAs показано, что, используя комплекс современных методов электронной микроскопии

высокого разрешения, а также данные рентгеновского анализа, можно получить обширную кристаллографическую информацию: о морфологии поверхности образцов, о разнообразных нарушениях трехмерной периодичности (точечные дефекты, посторонние атомы, дислокации, микровыделения иных фаз). Обобщение полученных в результате проведенных исследований данных позволило: 1 - выбрать оптимальный дизайн метаморфного буфера, 2 - показать, что увеличение числа периодов сбалансированных сверхрешеток внутри линейного метаморфного буфера приводит к увеличению подвижности электронов в МНМТ наногетероструктурах и способствует фильтрации прорастающих дислокаций. Оказалось, что дизайн буфера сильно влияет на его остаточную деформацию. Установлено, что дополнительные инверсные ступени внутри метаморфного буфера не эффективны для фильтрации прорастающих дислокаций. Полученные таким образом данные были использованы для оценки величины упругой деформации слоев.

На примере изучения строения гелевой пленки бактериальной целлюлозы *Glucanacetobacter xylinus* и создания на ее основе композитов (с наночастицами Ag, Se, фосфатов Ca) медицинского назначения показано: 1 – гелевая пленка состоит из кристаллических микрофибрил, образующих текстуру, 2 - возможен контроль за глубиной проникновения частиц в матрицу, и контроль за фазовым составом наночастиц ( может измениться по сравнению с исходным в процессе формирования композита), 3 – установление взаимной ориентации наночастиц на нанофибриллах целлюлозы.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН (Постановление №24) , а также гранта РФФИ 11-07000050.*

## **ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛОС СДВИГА В НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ ЧИСТОМ НИОБИИ, ПОЛУЧЕННОМ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Коммель Л.

*Таллинский технический университет, Таллин, Эстония*

В ходе настоящего исследования была выполнена интенсивная пластическая деформация (ИПД) литого чистого ниобия в толстом слое с целью образования в нем нанокристаллической структуры, содержащей полосы сдвига. Эволюция структуры материала и микромеханические свойства полос сдвига в нанокристаллическом чистом ниобии в толстом

слое исследовались путем наноиндентирования и анализа с использованием рентгеновской дифрактометрии и оптической и растровой электронной микроскопии. В результате равноканального углового прессования (РКУП) по маршруту  $V_c$  с выполнением до 12 проходов ( $\epsilon_{vM} = 13,8$ ) при комнатной температуре в образцах сформировалась ультрамелкозернистая (УМЗ) микроструктура, и улучшились их механические свойства. Напряжение растяжения и твердость по Виккерсу возросли более чем в 3 раза, модуль Юнга увеличился до 105 ГПа. Для дополнительного улучшения микроструктуры, образовавшейся в результате РКУП, был применен метод жесткой циклической вязкопластической (ЖЦВ) деформации с использованием системы для испытаний материалов Instron-8516. Образцы с плавными формами для испытаний на растяжение и сжатие циклически нагружались с амплитудами относительной деформации  $\pm 0,2$ ,  $\pm 0,5$ ,  $\pm 1,0$  и  $\pm 1,5$  % с низкой частотой 1,0, 0,5, 0,2 и 0,05 Гц по 20 циклов, соответственно. В ходе ИПД, включающей в себя РКУП и ЖЦВ-деформацию, сформировались полосы сдвига с различной интенсивностью развития микроструктуры. Микромеханические свойства на границах полос сдвига и внутри полос сдвига УМЗ-материала были определены с помощью устройства для наноиндентирования в составе испытательного центра NanoTest NTX производства компании Micro Materials Ltd. В устройстве задействован метод Оливера-Фарра. Этот метод предполагает наноиндентирование с очень низкой нагрузкой, во время которой ведется измерение микромеханических свойств отдельных элементов с помощью высокоточного прибора, непрерывно записывающего максимальную и пластическую глубину внедрения. Хорошо известно, что в настоящий момент микромеханические свойства полос сдвига не изучаются, поскольку полосы сдвига слишком малы для испытаний традиционными методами. Следует отметить, что результаты наноиндентирования зависят от приложенной нагрузки. В настоящем исследовании использовались нагрузки 10, 20 и 30 мН. Результаты испытаний показали, что с увеличением нагрузки нанотвердость и модуль Юнга снижаются, а параметр упругого восстановления, податливость, работа пластической и упругой деформации при индентировании увеличиваются. Нанотвердость изменяется от 1,4 ГПа внутри полос сдвига до 4,3 ГПа на границах полос сдвига, соответствующее значение модуля Юнга изменяется от 58 ГПа до 145 ГПа, соответственно. Рентгенографическое исследование и исследование с помощью автоэмиссионного электронного микроскопа с энергодисперсионным спектрометром показали, что фазовый состав и химическая концентрация (чистого ниобия) на границах полос сдвига не изменяются в сравнении с

областями внутри полос сдвига. При повышенном увеличении (исследование с использованием растрового электронного микроскопа высокого разрешения) видно, что в микроструктуре полос сдвига содержатся прямоугольные УМЗ-блоки. Часть материала образца с более высоким удельным содержанием полос сдвига характеризуется более высокой плотностью и более низким содержанием газообразной фазы.

### **ФТОРИДНАЯ ЛАЗЕРНАЯ НАНОКЕРАМИКА**

Гарибин Е.А.<sup>2</sup>, Гусев П.Е.<sup>2</sup>, Дорошенко М.Е.<sup>1</sup>, Кузнецов С.В.<sup>1</sup>,  
Осико В.В.<sup>1</sup>, Федоров П.П.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт общей физики им.А.М.Прохорова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*ЗАО ИНКРОМ, Санкт-Петербург*

*kouznetzovsv@gmail.com*

История лазерных материалов на основе фторидной керамики ведет свое начало с 1964 года с создания лазера на  $\text{CaF}_2:\text{Dy}$  [1]. Спектрально-генерационные характеристики такого керамического лазера по сравнению с монокристаллами были существенно хуже. Вследствие того, что не все монокристаллы возможно вырастить заданного размера с оптимальной однородно распределенной по объему легирующей добавкой, то интерес к созданию керамических лазерных материалов остался и в настоящее время переживает новый виток развития. Лазерную керамику возможно получать методом горячего прессования порошков и методом горячего формования монокристаллов. В результате проведенной нами работы обоими методами синтезированы лазерные керамики различного состава, см. табл. [2-5]. Методом просвечивающей электронной микроскопии в зернах керамики выявлена двойниковая наноструктура (рис.2). Исследуемые керамические образцы продемонстрировали аналогичные монокристаллам спектральные и лазерные характеристики при улучшенных механических. На керамике  $\text{CaF}_2:\text{Yb}$  была достигнута лазерная генерация на длине волны 1.04 мкм, дифференциальный КПД 30 % при накачке на длине волны 974 нм.



Рис.1. Лазерная керамика  $\text{CaF}_2:\text{Yb}$ .

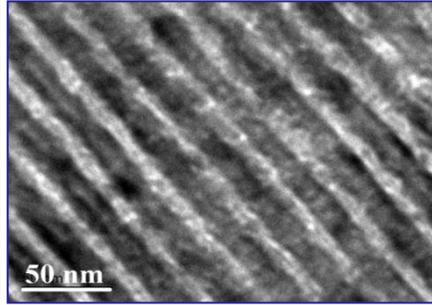


Рис.2. Наноструктура керамики  $\text{CaF}_2$

Активные ионы и лазерные переходы	Керами-ческая матрица	Спектраль-ный диапазон генерации ( $\mu$ )
$\text{Pr}^{3+} (^3\text{P}_0 \rightarrow ^3\text{F}_2)$	$\text{SrF}_2$	0.6386
$\text{Nd}^{3+} (^4\text{F}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{11/2})$	$\text{CaF}_2$ $\text{SrF}_2$	1.02 – 1.08 1.036 – 1.044
$\text{Er}^{3+} (^4\text{I}_{11/2} \rightarrow ^4\text{I}_{13/2})$	$\text{CaF}_2$ $(\text{Ca},\text{Sr})\text{F}_2$	1.88 – 1.92 2.70 – 2.78
$\text{Tm}^{3+} (^3\text{H}_4, ^3\text{F}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6)$	$\text{CaF}_2$ $(\text{Ca},\text{Sr})\text{F}_2$ $(\text{Sr},\text{Ba})\text{F}_2$	1.88 – 1.92 1.92 – 2,04 1.78 – 1.97
$\text{Yb}^{3+} (^5\text{F}_{5/2} \rightarrow ^2\text{F}_{7/2})$	$\text{CaF}_2$ $\text{SrF}_2$ $(\text{Ca},\text{Sr})\text{F}_2$ $(\text{Sr},\text{Ba})\text{F}_2$	1.025 – 1.040 1.01– 1.09 1.00 – 1.08 1.00 – 1.09

### References

1. S.E. Hatch, W.F. Parsons, and R.J. Weagley, Appl. Phys. Lett., 1964. 5(8), 153-154.
2. T.T. Basiev, M.E. Doroshenko, P.P. Fedorov, et all., Optics Letters, 2008, 33(5), 521-523.
3. М.Ш. Акчурин, Р.В. Гайнутдинов, Е.А. Гарибин, Федоров П.П. и др. Перспективные материалы, 2010, №5, 5-12.
4. P.P. Fedorov, Fluoride laser ceramics. In: Handbook on solid-state lasers: materials, systems and applications. Woodhead Publishing. Cambridge UK. 2013.
5. M.E. Doroshenko, A.A. Demidenko, P.P. Fedorov, et all. Phys. Stat. Solidi C, 2013, 10(6), 952-957.

## **ПОТЕНЦИАЛЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ МЕЖДУ АТОМАМИ ДЛЯ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ**

Липницкий А.Г.

*Белгородский государственный университет, Центр наноструктурных материалов и нанотехнологий, Белгород  
lipnitskii@bsu.edu.ru*

В настоящее время компьютерное моделирование, включая компьютерное моделирование на атомном уровне, рассматривается как один из перспективных подходов к сокращению материальных затрат и времени на разработку материалов с требуемыми свойствами. Достоверность рассмотрения материала как системы атомов, описываемой классическими потенциалами межатомных взаимодействий, определяется приближением Борна-Оппенгеймера, согласно которому электронная подсистема адиабатически следует за смещениями ионов. Полуэмпирические потенциалы, основанные на моделях химической связи, такие как потенциалы Леннарда-Джонса, метод погруженного атома, потенциалы Стиллинджера-Вебера и многие другие, позволяют моделировать наноразмерные системы из миллионов атомов с использованием современных компьютеров. Такие размеры моделируемой системы достаточны для решения широкого круга задач при описании и прогнозе свойств материалов и изучении механизмов процессов в них на уровне детальности, недоступном экспериментальным методам исследования. Например, расчеты термодинамических и кинетических характеристик веществ, описание фононов в полупроводниковых наноструктурах и исследование процесса формирования радиационных дефектов представляют только небольшую часть задач материаловедения, где достигнутый успех во многом обеспечен использованием потенциалов межатомных взаимодействий.

Являясь основой компьютерного моделирования на атомном уровне, межатомные потенциалы также обладают двумя наиболее существенными недостатками, которые сдерживают развитие этой области моделирования как составляющей части разработки новых материалов. Во-первых, точность описания характеристик веществ с помощью полуэмпирических потенциалов остается недостаточной для использования результатов расчетов в практических приложениях. Так, существует проблема в корректном описании температур фазовых переходов с достаточной точностью, чтобы соответствовать возможностям современных технологий получения материалов в поддержании температуры. Во-вторых, отсутствует хорошо апробированный единый подход к описанию взаимодействий в атомных системах с разным типом химической связи, что ограничивает

применение методов компьютерного моделирования для многих гетерогенных систем.

В данном докладе представлен обзор современных достижений в области построения классических потенциалов для моделирования материалов на атомном уровне. Обсуждаются ограничения межатомных потенциалов в описании характеристик веществ, обусловленные использованием моделей химической связи для формулировки аналитического вида потенциалов и современные тенденции в преодолении этих ограничений за счет перехода к более общему виду потенциальной энергии системы как функции координат атомов (конфигурационной энергии). Излагается новый универсальный подход к построению потенциалов, развиваемый в НИУ «БелГУ» на основе известного разложения конфигурационной энергии в ряд многочастичных взаимодействий. На примере потенциалов взаимодействия между атомами ниобия иллюстрируется возможность нового подхода описывать одновременно ряд характеристик тугоплавкого ОЦК металла, включая температуру плавления, в хорошем согласии с экспериментальными данными, что ранее не удавалось реализовать методами компьютерного моделирования на атомном уровне. Обсуждаются перспективы универсального описания взаимодействий между атомами в металлах, полупроводниках, диэлектриках и отдельных молекулах в рамках приближения Борна-Оппенгеймера без привлечения моделей химической связи.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШИХТЫ МАГНИТОТВЁР- ДОГО СПЛАВА 22Х15К МЕТОДАМИ МЁССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА**

Алымов М.И.<sup>2</sup>, Корнеев В.П.<sup>1</sup>, Ковалёв Д.Ю.<sup>2</sup>, Миляев И.М.<sup>1</sup>, Вомпе Т.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, Москва*

<sup>2</sup>*ИСМАН РАН, Черноголовка*

*imet@imet.ac.ru, isman@ism.ac.ru*

В рамках реализации проекта «Синтез высококоэрцитивных материалов на основе сплавов системы Fe-Cr-Co методами механоактивации» представляются первые оценочные результаты по механоактивации шихты сплава Fe-22Cr-15Co-1Ti-1Si (22X15K) по данным Мёссбауровской спектроскопии и рентгенофазового анализа. В шихте исследуемого сплава использовали промышленные порошки Fe (ПЖРВ), Cr (ПХЕ-1), Co (ПК-1У), которые смешивали в турбулентном смесителе С2.0 в течение 3-5 часов. Механоактивацию проводили в

высокоэнергетической планетарной шаровой мельнице Fritsch PM-400 с мелющими шарами из стали ШХ-15 диаметром 8-10 мм. Исследование фазового состава порошков после помола в течение 0,25, 0,5, 1, 2, 3, 40 часов в средах аргона, спирта и воды с добавками ПАВ (олеиновая и стеариновая кислоты) проводили при комнатной температуре на мёссбауэровском спектрометре Ms 110Em с источником  $^{57}\text{Co}$  в матрице Pd в режиме постоянных ускорений. Обработку полученных спектров проводили при помощи программы Univer MS. Рентгенофазовое исследование выполняли на дифрактометре ARL XTRA на излучении  $\text{Cu-K}\alpha$  в угловом интервале  $40-120^\circ$ .

После 15 минут механообработки в Мёссбауэровском спектре фиксируются линии только одной фазы  $\alpha\text{-Fe}$  с величиной магнитного поля  $H = 328,9 \text{ г}^{\text{??}}$  близкой к эталонной величине 330 кЭ. В спектре после обработки в течение 1 часа кроме спектра  $\alpha\text{-Fe}$  появляются линии ещё двух фаз: магнитоупорядоченной с величиной магнитного поля  $H = 335 \text{ кЭ}$  и парамагнитной с изомерным сдвигом, равным  $-0,13 \text{ мм/с}$ . Увеличенная величина магнитного поля по сравнению с магнитным полем  $\alpha\text{-Fe}$  указывает на преимущественное окружение атомов Fe атомами Co. Спектры порошков, механоактивированных в течение 3-х часов и 40 часов свидетельствуют о возникновении двух магнитоупорядоченных твёрдых растворов и одной парамагнитной фазы. Твёрдый раствор с большей величиной магнитного поля (295,5 кЭ при трёхчасовой обработке и 282,2 кЭ при сорокачасовой обработке) обогащён по кобальту (сильномагнитная  $\alpha_1$  –фаза, которая возникает при спинодальном распаде пересыщенного высокотемпературного  $\alpha$ -твёрдого раствора при термомагнитной обработке исследуемого сплава), а твёрдый раствор с меньшей величиной магнитного поля (240,9 кЭ при трёхчасовой обработке и 235,8 кЭ при сорокачасовой обработке) обогащён по хрому ( $\alpha_2$  –фаза слабомагнитная при спинодальном распаде). Большая ширина линий (0,77-0,78 мм/с) этих твёрдых свидетельствует о значительной вариации их составов. Уменьшение самих величин магнитных полей при увеличении времени обработки скорее всего связано с уменьшением размеров частиц порошка при более длительной его механообработке. Количество появившейся парамагнитной фазы при длительном времени механообработки практически не меняется и составляет 5-6%. В состав твёрдого раствора, обогащённого Co, входит 41-42% Fe, а в состав твёрдого раствора, обогащённого Cr, входит 52-54 % Fe.

Данные рентгенофазового анализа показывают, что результатом механоактивации (МА) является существенная деградация спектра – уменьшается соотношение пик/фон рентгенограмм, интенсивность линий

металлов снижается, а их полуширина растёт. Эффект проявляется уже на первой минуте МА. Линии основных фаз Fe и Cr значительно уширяются, что приводит к их слиянию и образованию в области соответствующих углов суперпозиционных линий. Уширение линий связано, очевидно, с уменьшением областей когерентного рассеяния и наполнением микронапряжений кристаллической структуры. Показано, что МА шихты приводит к формированию твёрдого раствора на основе Fe-Cr-Co с ОЦК решёткой  $Im\bar{3}m$  ( $\alpha$ -фаза).

### СИНТЕЗ СУПЕРИОННЫХ ПРОВОДНИКОВ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОИСТО-СТОЛБЧАТЫХ АЛЮМОСИЛИКАТОВ

Нуралыев Б., Арбузников В.В., Овчинников Н.Л., Бутман М.Ф.  
*Ивановский государственный химико-технологический университет,  
Иваново*  
*bayram17@mail.ru, vitalikusx@mail.ru, ovchinnikovnl1972@newmail.ru,  
butman@isuct.ru*

Развитие ионика твердого тела связано с синтезом и исследованием свойств материалов, обладающих суперионной проводимостью ( $\sigma > 10^{-3}$  См см<sup>-1</sup> при  $T = 300$  К). Их поиск ведется среди различных веществ, которые обладают либо высокой степенью дефектности из-за разупорядочения одной из кристаллических подрешеток, либо особенностями структуры, связанными с наличием каналов ионной проводимости, облегчающими миграцию ионов. Ко второй группе материалов относятся слоистые алюмосиликаты, в частности, монтмориллонит (ММ), в котором положительные зарядокompенсирующие ионы могут перемещаться в 2D межслоевом пространстве.

ММ весьма «эластичен» с точки зрения изменения его межслоевого расстояния. Существенной раздвижки слоев можно добиться при интеркаляции полигидроксикомплексов металлов. Наиболее хорошо этот процесс изучен для алюминия, продуктами гидролиза которого являются, в частности, ионы  $[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$  (так называемые ионы Кеггина). Их внедрение в межслоевое пространство вызывает увеличение базального расстояния  $d_{001}$  до 30-40%. Последующий обжиг приводит к образованию кластероподобных образований –  $Al_2O_3$ -пилларов, которые создают периодическую столбчатую систему, сшивая силикатные слои и, в то же время, сохраняя их большую раздвижку. Предположительно дополнительное насыщение межслоевых нанополостей

пилларированного ММ ионами щелочных металлов может существенно увеличить его электропроводность.

Цель данной работы – синтез материалов с суперионной проводимостью на основе наноструктурированных слоисто-столбчатых алюмосиликатов, обогащенных ионами легких щелочных металлов.

Исследование электропроводности проводилось в интервале температур 25-550°C в диапазоне частот от 25Гц до 1 МГц с помощью измерителя иммитанса МНИПИ Е7-20, подключенного к платиновым электродам. Измерения проводились в автоматическом режиме с использованием оригинального программного обеспечения. Таблетки диаметром 12 мм, толщиной 1,5 мм формовались на прессе давлением 0,2 ГПа. Поверхность таблеток покрывалась двойным слоем серебряной токопроводящей пастой.

Электропроводность  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -пилларного монтмориллонита, допированного ионами натрия, оказалась существенно выше, чем у исходного монтмориллонита и его обогащенной ионами  $\text{Na}^+$  формы, и достигает рекордных значений, обнаруженных ранее для поли- и монокристаллических образцов  $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$  и  $\beta''\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Область температур для эксплуатации суперионных свойств полученного материала, по-видимому, ограничена термической устойчивостью пилларной структуры.

*Работа поддержана грантом РФФИ 13-03-00673*

## **ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ КАК МАТЕРИАЛ В ЭЛЕКТРОНИКЕ, ЭНЕРГЕТИКЕ, МЕДИЦИНЕ**

Латухина Н.В., Писаренко Г.А., Рогожин А.С.,

Лизункова Д.А., Гаршин А.А.

*Самарский государственный университет, Самара*

*natalat@yandex.ru, galina\_pisarenko@mail.ru, iiiNamko@yandex.ru,*

*daria.lizunkova@yandex.ru, asgardlex@mail.ru*

Прогресс в развитии современной полупроводниковой электроники связан с освоением новых материалов, обладающих более эффективными электрофизическими и эксплуатационными показателями. Один из таких перспективных материалов – пористый кремний (ПК), поскольку он обладает уникальными физико-химическими свойствами, оставаясь в то же время одним из самых распространенных материалов в природе. Это делает его перспективным для многочисленных применений не только в электронике, но и в энергетике, технологии полупроводников, медицине. Применение ПК в гетероструктурах карбид кремния на кремнии позволяет практически решить проблему согласования кристаллических

решеток гетеропары и поднять качество структур. Однако, проблема поиска оптимальных методов изготовления и исследования ПК продолжает оставаться актуальной.

В данной работе рассматривается технология создания фоточувствительных структур на основе кремния, позволяющая получить образцы с неупорядоченной пористой структурой в виде вертикальных столбцов глубиной в несколько десятков микрон. Максимум спектральной чувствительности такой структуры смещается от положения для монокристаллического кремния 880–900 нм в область 400 нм. Это изменение можно объяснить поглощением фотонов в материале с большей шириной запрещенной зоны, чем у монокристаллического кремния. Таким материалом могут быть нанокристаллы кремния (кремниевые «нити»), образующиеся в порах при глубоком анодном травлении. Фотоэлектрические измерения проводились на структурах со специально созданным р-п-переходом, расположенным внутри макропористого слоя. Они предусматривали измерение напряжения холостого хода и тока короткого замыкания в зависимости от уровня освещенности. Все структуры показали хорошую фоточувствительность: для уровня освещенности белым светом 4000 Лк напряжение холостого хода составляло 300–400 мВ, плотность тока короткого замыкания – 3–23 мА/мм<sup>2</sup> при освещаемой площади 200–600 мм<sup>2</sup>. Это значительно выше соответствующих параметров фоточувствительных структур, изготовленных по аналогичной методике на текстурированной поверхности кремния без макропористого слоя.

Таким образом, проведенные исследования показывают, что предложенная технология создания пористого слоя на поверхности с заранее созданным микрорельефом позволяет изготавливать фоточувствительные кремниевые структуры с расширенным в коротковолновую область спектральным диапазоном чувствительности и хорошими фотоэлектрическими свойствами.

Многочисленными экспериментальными исследованиями установлено, что пористый кремний является биосовместимым материалом. Таким образом была создана фоточувствительная матрица вертикальных дискретных диодов с торцевыми поверхностями в виде правильных тетраэдров. Размер основания тетраэдров не превышал 10 мкм, так что на площади 1 мм<sup>2</sup> располагалось до 10<sup>4</sup> диодов. Исследования показали, что структура обладает ярко выраженной анизотропией электропроводимости и хорошими фотоэлектрическими характеристиками, в сравнении с аналогами. Эти свойства ПК наряду с высокими фотоэлектрическими параметрами позволяет использовать этот материал и как основу для искусственной сетчатки глаза.

**МНОГОВАРИАНТНОСТЬ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧИ ФОРМИРОВАНИЯ  
ФАЗОВОГО СОСТАВА НЕОРГАНИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ  
КОСТНЫХ ИМПЛАНТАТОВ В РАЗЛИЧНЫХ  
ОКСИДНЫХ СИСТЕМАХ**

Сафронова Т.В., Путляев В.И.

*МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Химический  
факультет, Москва*

*t3470641@yandex.ru, valery.putlayev@gmail.com*

В истории развития материалов медицинского применения можно выделить два больших этапа. В рамках каждого этапа доминировали различные идеи, связанные с глубиной понимания процессов, протекающих в организме при использовании имплантатов на основе искусственных и синтетических материалов. Сначала главной была идея прямого замещения костного дефекта имплантатом, а затем, в последние годы, определяющим стал регенеративный подход, базирующийся на использовании резорбируемых материалов, способных инициировать регенерацию костной ткани и замещаться вновь образованной.

Исследования минеральной составляющей костной ткани свидетельствуют о том, что карбонатгидроксиапатит является основной минеральной фазой. Кроме того, в составе костной ткани и в других тканях и межтканевых жидкостях организма обнаружены и другие химические элементы и ионы:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Si}^{4+}$  ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ),  $\text{F}^-$ ,  $\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7^-$  и ряд других. Долгое время синтез порошков, получение керамики и цементного камня для замещения костной ткани проводили, добиваясь идентичности химического и фазового состава материала составу неорганической составляющей костной ткани, предполагая неизменность свойств материала в процессе применения. Биосовместимые биорезистивные материалы были получены в системах  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$  и  $\text{Na}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ . Широко известны полученные в этих системах материалы на основе гидроксиапатита  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (ГАП) и стекол Хенча. Присутствие в организме множества различных катионов или анионов делает возможным рассмотрение более обширного списка оксидных систем для получения неорганических материалов медицинского назначения. Еще более обширным является список соединений (преимущественно солей), которые могут являться прекурсорами оксидов (при формальной записи состава) системы, а также могут быть использованы в качестве технологических добавок, управляющих процессами формирования материалов на различных технологических стадиях.

Упомянутые системы, а также системы  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{MgO-CaO-P}_2\text{O}_5$  остаются лидерами в неорганическом

медицинском материаловедении и в том случае, когда решается задача создания резорбируемых керамических материалов, являющихся основой для развития регенеративных подходов лечения дефектов костной ткани. В этом случае целевыми фазами становятся трикальцийфосфат  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (ТКФ), пирофосфат кальция  $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$  (ПФК), полифосфат кальция  $(\text{Ca}(\text{PO}_3)_2)_n$ , брусит  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , октакальциевый фосфат  $\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (ОКФ), ренаниты ( $\text{NaCaPO}_4$ ,  $\text{KCaPO}_4$ ), ренанитоподобные фазы, ортофосфаты магния ( $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), пирофосфат магния  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , двойной пирофосфат кальция магния  $\text{CaMgP}_2\text{O}_7$  и фосфатные стекла. Технологически возможно и получение многофазных материалов. В зависимости от состава материалы отличаются как скоростью и пределом резорбирования, так и уровнем pH на поверхности при исследованиях *in vitro* и *in vivo*.

В основе доклада - данные систематических исследований группы «Биоматериалы» НИЛ Неорганического материаловедения Химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

*Работа поддержана грантами РФФИ 07-08-00576, 09-03-01078, 10-03-00866, 11-03-12179-офи-м-2011; 12-08-00681; 12-03-01025; 12-08-33125 мол\_а\_вед; 13-08-01056; а также Государственными контрактами 14.740.11.0277, П403.*

## ОПТИЧЕСКИ ПРОЗРАЧНАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ НАНОПОРОШКОВ

Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Качаев А.А., Хасанов А.О.

*Томский политехнический университет, Томск*

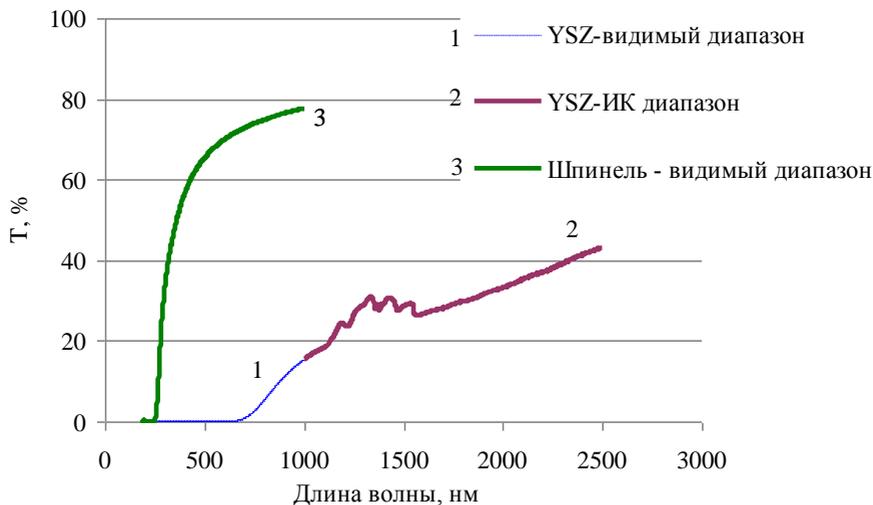
*khasanov@tpu.ru*

Из коммерческих нанопорошков алюмомагниевого шпинели ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) Baikalox и иттрий-стабилизированного оксида циркония YSZ ( $\text{ZrO}_2$ -3мол.% $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) TOSOH методом спекания в искровых разрядах плазмы (Spark Plasma Sintering - SPS) на установке 515S (SPS SYNTEX) синтезированы образцы оптически прозрачной керамики.

Исследовалось влияние условий SPS (температура, кинетика нагрева, давление подпрессовки и др.) на оптические и физико-механические свойства спеченных образцов.

Оптические характеристики определяли по результатам обработки спектров пропускания света в видимом и инфракрасном диапазонах методами оптической спектроскопии (спектрофотометр СФ-256 УВИ). Исследования проводили на полированных керамических образцах.

Прозрачность шпинели в видимом диапазоне достигала 76%, YSZ в ИК-диапазоне – 43%.



Методами индентирования алмазной пирамидки Виккерса (микротвердомер ПМТ-3М ЛОМО) и динамической микротвердометрии алмазной пирамидкой Берковича в режиме «нагрузка-разгрузка» при максимальной нагрузке 2000 мН (нанотвердомер DUH-211S Shimadzu) измерены микротвёрдость, модуль продольной упругости; коэффициент текучести при статической нагрузке индентирования; относительная доля работы упругой деформации при индентировании, трещиностойкость.

Рентгенофазовый анализ (дифрактометр XRD-7000S Shimadzu) и энергодисперсионный анализ (EDXS, JSM-7500F JEOL) исходных нанопорошков и спеченных керамических образцов показали отсутствие примесей и посторонних фаз. Структура поликристаллической шпинели и циркониевой керамики имела кубическую сингонию.

Электронно-микроскопические исследования морфологии сколов керамики (СЭМ, JSM-7500F JEOL) показали, что спеченные образцы имели субмикронный размер зёрен, а поверхность скола имела транскристаллитный характер разрушения, что указывает на высокое качество и прочность межзёренных границ.

Наблюдается корреляция между ростом плотности керамики и улучшением оптических свойств.

Сделаны выводы о тенденциях оптимизации условий SPS для достижения наилучших оптических свойств при максимальных значениях микротвердости, трещиностойкости.

*Работа поддержана Минобрнауки РФ (Госзадание «Наука»).*

**НАНОРАЗМЕРНЫЙ МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ГИДРОКСИЛАПАТИТ  
В КАЧЕСТВЕ МАТЕРИАЛА ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ЦЕЛЕЙ****Чайкина М.В.<sup>1</sup>, Булина Н.В.<sup>1</sup>, Ищенко А.В.<sup>2</sup>, Просанов И.Ю.<sup>1</sup>**<sup>1</sup>*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск*<sup>2</sup>*Институт катализа им. Акад. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск  
chaikinam@solid.nsc.ru*

Гидроксилапатит  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  и его модификации являются перспективными материалами для различных медицинских целей: покрытий имплантатов, биосовместимой керамики, используемой в травматологии и ортопедии, для костного и зубного протезирования в зубоврачебной технике, в качестве лекарственных и косметических средств. В клинической практике стехиометрический гидроксилапатит (ГАП) и другие ортофосфаты кальция широко используется в качестве материала для покрытия металлических и биоинертных керамических имплантатов для ускорения их вживления.

Традиционными методами синтеза ГАП являются - получение из растворов и керамический – путем отжига реакционной смеси при температуре 900 – 1000°C. Эти методы трудоемки и длительны. В докладе будут представлены данные механохимического метода синтеза разновидностей апатита заданного состава. Механохимический синтез ГАП проводился в мощных планетарных мельницах – АГО-2 и АГО-3, где за 20-30 минут, непосредственно в мельнице синтезирован ГАП и его модификации в нанокристаллическом состоянии (рис.1). Механохимический синтез проводился из кристаллических солей, оксидов и гидроксидов взаимодействие которых происходило по механизму “мягкого механохимического синтеза”.

В качестве заместителей фосфата исследовались анионы: силикат- $\text{SiO}_4^{4-}$ , алюминат -  $\text{AlO}_4^{3-}$ , цирконат  $\text{ZrO}_4^{4-}$  и титанат –  $\text{TiO}_4^{4-}$ . При исследовании были поставлены вопросы: могут ли входить в структуру эти анионы и в каких количествах? Проведен также механохимический синтез ГАП с частичным замещением кальция на катионы  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ . Выбор объектов определялся, главным образом, прикладными целями. Силикатный ион по данным исследований, проведенных *in vitro* и *in vivo*, способствует образованию клеток костной ткани и более быстрому вживлению имплантатов.

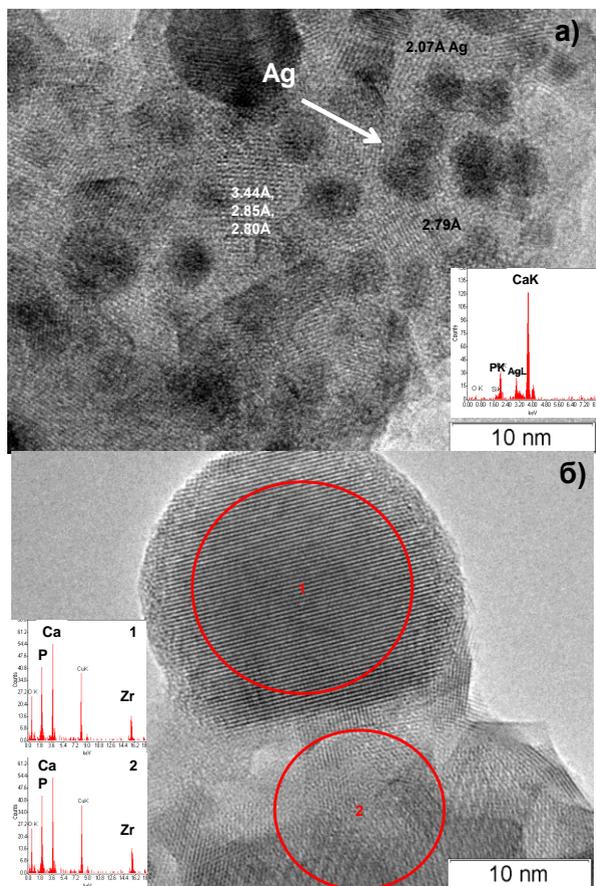


Рис. 1. Фото высокоразрешающей электронной микроскопии модифицированного ГАП: а) ионами серебра, б) ионами цирконата.

Модификация ГАП анионами алюмината, цирконата и титаната проводилась с целью изучения их влияния на адгезию покрытий на керамику из корунда и оксида циркония, и имплантаты из титана и его сплавов. Образцы ГАП с катионными замещениями синтезировались с целью исследования их бактерицидных свойств.

**ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ  
НАНОКОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ  $\text{Rb}_x\text{Fe}_{2-y}\text{Se}_2$** 

Шевельков А.В., Рослова М.В., Болталин А.И., Морозов И.В.  
*МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва*  
*shev@inorg.chem.msu.ru*

Кристаллы сверхпроводящей и несверхпроводящей фаз общей формулы  $\text{Rb}_x\text{Fe}_{2-y}\text{Se}_2$  с различным содержанием рубидия и железа выращены из расплава с применением процедуры закаливания. Показано, что только указанная методика позволяет получить сверхпроводящие образцы, для которых тщательно охарактеризованы магнитные и транспортные свойства. Выявлено, что основная особенность строения сверхпроводящих и части несверхпроводящих образцов (составы в диапазоне  $x = 0.75\text{--}0.85$ ,  $y = 0.30\text{--}0.35$ ) заключается в нанокompозитном строении. С применением электронной дифракции и электронной микроскопии высокого разрешения установлено, что сверхпроводящие и несверхпроводящие кристаллы характеризуются различным сочетанием сверхструктурных упорядочений внутри композитной структуры. В том числе, помимо описанной ранее в литературе сверхструктуры, имеющей тетрагональное строение, (пространственная группа  $I4/m$ , соотношение параметров элементарной решетки  $a^* = b^* = a_0\sqrt{5}$ ,  $c^* = c_0$ ), обнаружены и другие варианты упорядочения. Показано, что основной особенностью сверхпроводящих кристаллов является ранее неизвестная сверхструктура, вызванная частичным упорядочением вакансий в позициях атомов рубидия. Такая сверхструктура описывается в пространственной группе  $Ammm$  с параметрами элементарной ячейки  $a^* = b^* = a_0\sqrt{2}$ ,  $c^* = c_0$ . Также обнаружено, что сверхпроводящие кристаллы характеризуются наличием моноклинного искажения с углом моноклинности  $\beta \sim 87^\circ$ , что ведет к переходу в пространственную группу  $I2/m$ . Аналогичное искажение не обнаружено в несверхпроводящих кристаллах, для которых, в свою очередь, наблюдается чередование областей упорядоченных и неупорядоченных протяженностью до 10 нм. Указанные наблюдения позволили впервые сформулировать основные структурные особенности сверхпроводящих нанокompозитов.

*Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты 12-03-91674, 12-03-01143 и 12-03-31717.*

## УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ БИОАКТИВНЫЕ ПОКРЫТИЯ TiCaPCON-(Ag,Cu) С АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫМ ЭФФЕКТОМ

Батенина И.В.<sup>1</sup>, Кирюханцев-Корнеев Ф.В.<sup>1</sup>, Шевейко А.Н.<sup>1</sup>,  
Левашов Е.А.<sup>1</sup>, Анисимова Н.Ю.<sup>2</sup>, Глушанкова Н.А.<sup>2</sup>, Штанский Д.В.<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>НИТУ «МИСиС», Москва

<sup>2</sup>Российский онкологический научный центр имени Н.Н.Блохина РАМН,  
Москва

*irina\_bttn@mail.ru*

Целью данной работы было исследование возможности надления биоактивных покрытий на основе TiCaPCON [1-3] антибактериальными свойствами. Для этого в состав покрытий вводились элементы Cu или Ag, бактерицидное действие которых обусловлено повреждением клеточной мембраны бактерий вследствие адсорбции ионов данных элементов на их поверхности [4-6]. В процессе изучения многокомпонентных наноструктурных покрытий TiCaPCON с различным процентным содержанием меди (4,7-13ат.%) и серебра (0,4-4ат.%) был определен оптимальный состав, характеризующийся заметной антибактериальной активностью и отсутствием цитотоксичности. Так для покрытия, содержащего 1.2% серебра наблюдали значительный антибактериальный эффект при сохранении биоактивных характеристик. В покрытии TiCaPCON-1.2%Ag бактериостатический эффект в отношении группы молочнокислых бактерий *L.acidophilus* составлял 71% спустя 2 суток после посева и достигал 100% через 4 суток. Коинкубация покрытий данного состава способствовала не только замедлению роста, но также и гибели бактерий (бактерицидный эффект), о чем свидетельствуют значения абсолютной концентрации *L.acidophilus*. При этом результаты тестов *in vitro* подтверждают биосовместимость и биоактивность покрытий при введении 1.2% серебра. Отметим, что в отношении одноклеточных дрожжевых грибов *S.cerevisiae* антибактериального эффекта обнаружено не было у всех исследованных покрытий. Исследование воздействия медьсодержащих покрытий на жизнеспособность микроорганизмов показало, что незначительный антибактериальный эффект может быть обеспечен при использовании высоких концентраций меди. Таким образом, покрытия с содержанием серебра порядка 1.2% могут быть использованы в травматологии, ортопедии и стоматологии в качестве биоактивных и антибактериальных материалов для замещения костной ткани.

*Список литературы:*

1. D.V. Shtansky, E.A. Levashov, N.A. Glushankova, N.B. D'yakonova, S.A. Kulnich, M.I. Petrzhik, F.V. Kiryukhantsev-Korneev, F. Rossi. *Surface & Coatings Technology* 182, 101-111 (2004).
2. D.V. Shtansky, N.A. Glushankova, A.N. Sheveiko, M.A. Kharitonova, T.G. Moizhess, E.A. Levashov, F. Rossi. *Biomaterials*, 26, 2909 (2005).
3. D.V. Shtansky, N.A. Gloushankova, I.A. Bashkova, M.A. Kharitonova, T.G. Moizhess, A.N. Sheveiko, F.V. Kiryukhantsev-Korneev, M.I. Petrzhik, E.A. Levashov. *Biomaterials*, 27, 3519-3531 (2006).
4. Yu-Chu Kuo, Jyh-Wei Lee, Chaur-Jeng Wang, Yu-Jie Chang. *Surface & Coatings Technology* 202 (2007) 854–860
5. Baoe Li, Xuanyong Liu, Fanhao Meng, Jiang Chang, Chuanxian Ding. *Materials Chemistry and Physics* 118 (2009) 99–104
6. W. Chen, Y. Liu, H.S Courtney, M. Bettenga, C.M. Agrawal, J.D. Bumgardner, J.L. Ong. *Biomaterials* 27 (2006) 5512–5517

**TiO<sub>2</sub> НАНОЧАСТИЦЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ И ДОСТАВКИ В КЛЕТКИ НАНОКОМПОЗИТОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДНК-ФРАГМЕНТЫ**

Бессуднова Е.В.<sup>1</sup>, Шикина Н.В.<sup>1</sup>, Исмагилов З.Р.<sup>1,4</sup>, Левина А.С.<sup>2</sup>, Репкова М.Н.<sup>2</sup>, Мазуркова Н.А.<sup>3</sup>, Рябчикова Е.И.<sup>2,3</sup>, Зарыгова В.Ф.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Институт катализа им. Г.К.Борескова, Новосибирск*

<sup>2</sup>*Институт химической биологии и фундаментальной медицины, Новосибирск*

<sup>3</sup>*ГНЦ «ВЕКТОР», Новосибирск*

<sup>4</sup>*Институт углеродной и химического материаловедения, Кемерово  
bev@catalysis.ru*

Избирательное воздействие на нуклеиновые кислоты в клетках с помощью фрагментов нуклеиновых кислот может быть реализовано только в случае решения проблемы их доставки в клетки. Одним из современных подходов в решении этой проблемы является иммобилизация фрагментов ДНК на поверхность наночастиц диоксида титана, способных проникать в клетки без использования травмирующих клеточную мембрану методов трансфекции. Использование наночастиц диоксида титана для доставки ДНК-фрагментов в клетки требует тщательного изучения данного материала для выявления его потенциального токсического воздействия на живые организмы и решения проблемы повышения его дисперсионной стабильности.

Целью данной работы является поиск специальных условий синтеза для получения малоагрегированных, высокофункциональных и

биобезопасных наночастиц диоксида титана, их использование для создания и доставки в клетки нанокompозитов -  $\text{TiO}_2\text{-PL-DNA}$ .

Исследовано влияние химической природы электролита ( $\text{LiOH}$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ), модификации поверхности частиц глицидилизопропиловым эфиром (GE), очередности смешения реагентов и условий диализа на дисперсные и цитотоксические свойства золей  $\text{TiO}_2$  при нейтральном значении pH. Изучение золей с помощью комплекса физико-химических методов (РФА, Раман-спектроскопия, МУРР, АСМ, ПЭМ, измерение  $\zeta$ -потенциала) установило, что устойчивость золей к агрегации повышается в ряду  $\text{NH}_4^+ > \text{K}^+ > \text{Na}^+ > \text{Li}^+$ , а модификация поверхности  $\text{TiO}_2$ -наночастиц глицидилизопропиловым эфиром приводит к образованию защитного слоя, препятствующего процессу агрегирования золей как при длительном их хранении, так и после их инкубации с клетками. Методом просвечивающей электронной микроскопии ультратонких срезов клеток MDCK, обработанных  $\text{TiO}_2$ -наночастицами, показано, что наночастицы, модифицированные GE, характеризуются тонкой морфологией, активно взаимодействуют с клетками и не вызывают визуальных изменений в их структуре. Методом окрашивания трипановым синим клеток MDCK, инкубированных с наночастицами, также показано, что модификация поверхности  $\text{TiO}_2$ -наночастиц GE и фосфатными группами снижает его токсическое воздействие на клетки, предотвращая нежелательное взаимодействие  $\text{TiO}_2$  с компонентами клеток.

Наночастицы были использованы для создания нанокompозитов с фрагментами ДНК. Показано, что нанокompозиты проникают в клетки без методов физического воздействия и трансфекционных агентов. ДНК-фрагменты, иммобилизованные на  $\text{TiO}_2$  частицы, сохраняют способность к комплементарным взаимодействиям с фрагментами нуклеиновой кислоты-мишени. Эти нанокompозиты были использованы для ингибирования репликации вируса гриппа человека штамма А (H3N2) в зараженных MDCK клетках. Они показали низкую токсичность ( $\text{TC}_{50} \sim 1800$  мг/мл) и высокую антивирусную активность ( $>99,9\%$  ингибирования репликации вируса).

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 11-04-01408 и № 13-04-40034 комфи.*

## КРЕМНИЕВЫЕ НАНОНИТИ КАК СЕНСОРЫ МОЛЕКУЛ КИСЛОРОДА

Георгобиани В.А., Маршов В.С., Осминкина Л.А., Тимошенко В.Ю.  
*МГУ им. М.В. Ломоносова, Физический факультет, Москва*  
*v.georgobiani@gmail.com*

Кремниевые наноструктуры в виде пористого кремния (PSi) и кремниевых нанонитей (SiNWs) обладают эффективной фотолюминесценцией (ФЛ) в видимом диапазоне спектра [1, 2]. Известно, что ПК, представляет собой сетку пересекающихся нанокристаллов и пор нанометровых размеров с чрезвычайно большой удельной поверхностью,  $\sim 10^3$  м<sup>2</sup>/г, что обуславливает высокую чувствительность его физико-химических свойств к адсорбции молекул [3]. В данной работе впервые продемонстрированы сенсорные свойства SiNWs – чувствительность сигнала ФЛ образцов к их молекулярному окружению.

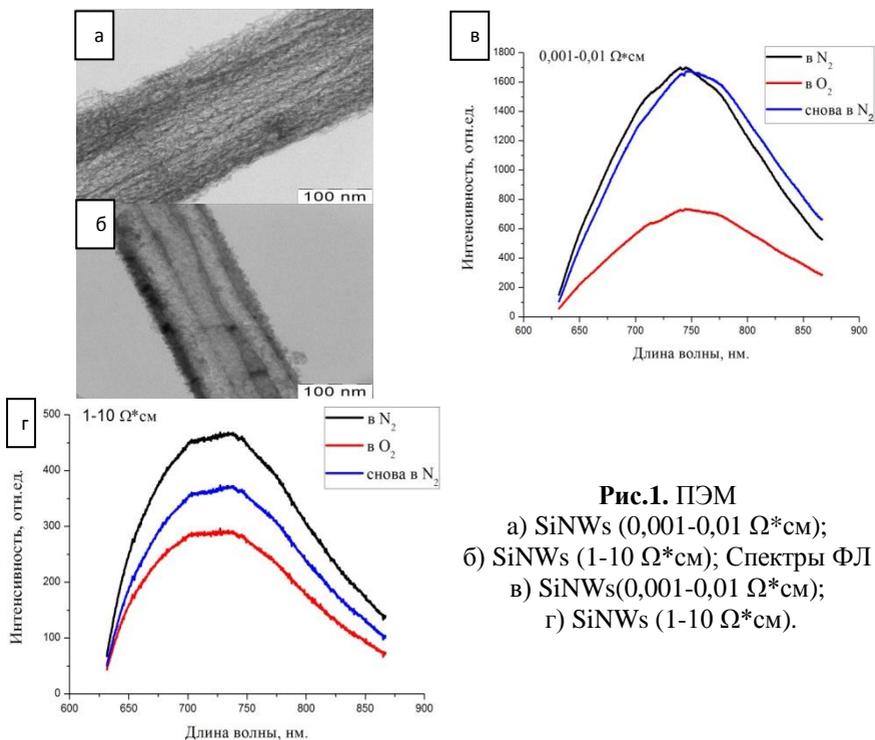
Образцы SiNWs были получены с помощью химического травления пластин с-Si p-типа с кристаллографической ориентацией (100) и разной степенью легирования (удельное сопротивление от 0.001  $\Omega$ \*см до 10  $\Omega$ \*см) в растворе 5M HF с использованием частиц Ag (Metal Assisted Chemical Etching).

Структурные свойства полученных образцов исследовались с помощью просвечивающего (ПЭМ) электронного микроскопа LEO912 AB OMEGA.

Спектры ФЛ образцов снимались при возбуждении аргоновым лазером с длиной волны 364 нм с помощью ПЗС-матрицы (MS 750, SOLAR III).

Данные ПЭМ SiNWs образцов представлены на рис.1 а,б. Видно, что образцы, полученные на подложке с-Si с удельным сопротивлением от 0.001  $\Omega$ \*см имеют пористую структуру, 10  $\Omega$ \*см – непористую.

На рис.1 в,г показаны спектры ФЛ образцов SiNWs, находящихся в атмосфере азота и кислорода. Как видно, образцы характеризуются широкими линиями ФЛ в видимой области спектра. Отметим, что ФЛ при комнатной температуре является следствием квантового размерного эффекта, обуславливающего существование экситонов в кремниевых нанокристаллах малых размеров. Большое количество нанокристаллов в пористом образце обеспечивает его более интенсивную ФЛ (рис.1 а,б).



**Рис.1. ПЭМ**  
 а) SiNWs (0,001-0,01 Ω\*см);  
 б) SiNWs (1-10 Ω\*см); Спектры ФЛ  
 в) SiNWs(0,001-0,01 Ω\*см);  
 г) SiNWs (1-10 Ω\*см).

При напуске молекул O<sub>2</sub> в ячейку с образцом наблюдалось уменьшение интенсивности ФЛ в 2.3 и 1.6 раз для пористых и непористых SiNWs соответственно, что может быть обусловлено разрушением экситонов локальными электрическими полями адсорбированных кулоновских центров O<sub>2</sub><sup>-</sup>. При этом тушение ФЛ образцов в циклах напуска молекул азота-кислорода-азота было полностью или частично обратимым для образцов пористых или непористых SiNWs.

1. Canham L.T. Appl. Phys. Lett., 1990, v.57, №10, pp.1046-1048
2. К.А. Гончар, Л.А. Головань, В.Ю. Тимошенко, В.А. Сиваков, и С. Кристиансен. Известия Российской академии наук. Серия физическая, 74(12):1782–1784, 2010.
3. Константинова Е.А. и др. ФТП, 2004, том 38, вып. 11, стр. 1386-1391.

**СИНТЕТИЧЕСКИЕ ПОРОШКИ СТРУВИТА И НЬЮБЕРИТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКИХ РЕЗОРБИРУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Казакова Г.К., Сафронова Т.В., Путляев В.И.

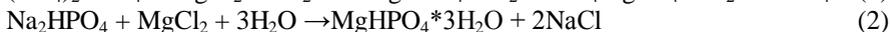
*МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва*

*t3470641@yandex.ru, putlayev@gmail.com*

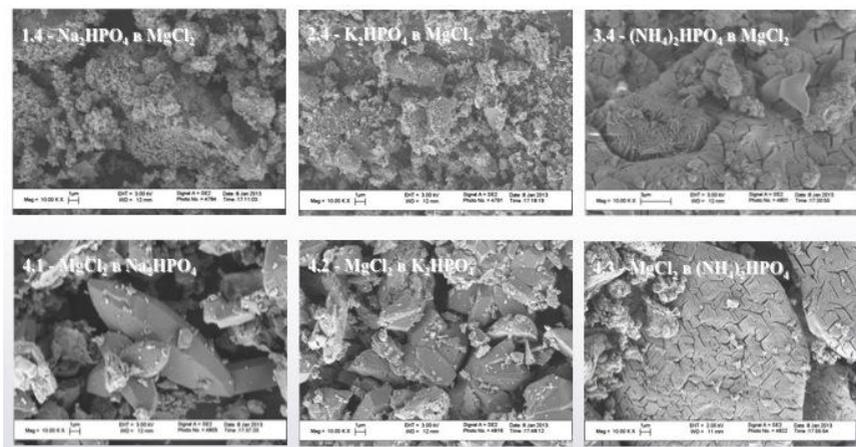
В современном мире значительное внимание уделяется созданию керамических материалов медицинского назначения, предназначенных для использования при реконструкции дефектов костных тканей, образующихся в результате патологических изменений в организме, обширных хирургических вмешательств или травм. Учитывая это, актуален регенеративный подход, где акцент делается на замещение биоматериала нативной растущей костью, а материалу отводят роль активного источника необходимых для построения костной ткани элементов. Ион магния является важным фактором метаболизма костей, формирования костной матрицы и ее минерализации. Влияет на активность остеобластов и остеокластов, то есть на скорость роста костной ткани. Поэтому актуально создание материалов содержащих фазы способные при растворении выделять ионы магния. Такими могут быть материалы на основе гидрофосфатов, ортофосфатов и пирофосфатов кальция и магния. Для получения резорбируемого керамического материала на основе пирофосфата магния, необходимо разработать метод получения порошковых прекурсоров этой фазы, в которых соотношении  $Mg/P=1$ . Примерами соединений, имеющих такое соотношение являются ньюберит ( $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ ) и струвит ( $(NH_4)MgPO_4 \cdot 6H_2O$ ).

В связи с этим целью настоящей работы было синтезировать порошок ортофосфата магния, пригодный для получения керамики, содержащей преимущественно фазу пирофосфата магния.

Синтез порошков ортофосфатов магния проводили по реакциям (1-3), путем сливания хлорида магния в гидрофосфаты калия, натрия, аммония и обратно при комнатной температуре.



Данные РФА порошков, полученных при различном порядке сливании хлорида магния и гидрофосфатов калия, натрия, аммония, свидетельствуют о том, что фазовый состав каждого порошка был представлен ньюберитом ( $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ ) и струвитом ( $(NH_4)MgPO_4 \cdot 6H_2O$ ).



В случае приливания раствора хлорида магния к растворам гидрофосфатов калия, натрия, аммония частицы имеют более крупные размеры, чем при обратном. На рисунке представлены микрофотографии синтезированных порошков. Дилатометрические исследования заготовки из порошков, синтезированных в рамках настоящей работы, свидетельствуют о том, что заметное уплотнение начинается только при 800°C. Все синтезированные порошки могут быть использованы в качестве порошкового прекурсора для получения керамического материала, содержащего фазу пирофосфата магния.

## ЭФФЕКТ РЕЗИСТИВНОГО ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ В НАНОСТРУКТУРАХ ВОССТАНОВЛЕННОГО ОКСИДА ГРАФЕНА

Капитанова О.О.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
olesya.kapitanova@gmail.com*

Возрастающий интерес к элементам резистивной памяти (мемристорам) связан с тем, что их работа является энергонезависимой, то есть текущее состояние памяти в этом устройстве сохраняется даже при отключении питания. Идея резистивной памяти состоит в том, что возможно переключать полупроводник из состояния с высоким сопротивлением в состояние с низким сопротивлением и обратно за счет миграции подвижных ионов. Затем эти состояния используются для считывания информации. На сегодняшний день в литературе описано

несколько механизмов переключения. В случае оксида графена эффект переключения связывают с обратимой миграцией кислородных групп [1].

В данной работе оксид графена был синтезирован методом Хаммерса, затем был восстановлен и модифицирован  $\text{FeCl}_3$  для контроля его проводимости. При восстановлении использовали как традиционные подходы (восстановления аскорбиновой кислотой, отжиг оксида графена в среде  $\text{N}_2/\text{H}_2$  при 200-600 $^\circ\text{C}$ ), так и не традиционный метод (облучение электронным пучком). С помощью РФС-спектроскопии было показано, что соотношение С:О возрастает после восстановления оксида графена аскорбиновой кислотой. Для измерения транспортных характеристик образцов были изготовлены планарные структуры на основе оксида графена на подложке Si/SiO<sub>2</sub> с предварительно нанесенными титановыми контактами. Измерение структур оксида графена методом Холла показало, что после их обработки электронным пучком и модификации  $\text{FeCl}_3$  тип носителей заряда меняется с электронного на дырочный. Обычный отжиг не приводит к смене носителей заряда. Также было показано, что все виды восстановления ОГ приводят увеличению проводимости. При исследовании вольтамперных характеристик структур на основе оксида графена был обнаружен эффект переключения структур из высокоомного (СВС) в низкоомное (СНС) состояние. Значение тока при резистивном переключении изменялось на 2 порядка. Для изучения механизма переключения в исследуемых структурах ранее были проведены измерения *in situ* в растровом электронном микроскопе в режиме наведенного тока, которые показали локализацию переключения [1]. Согласно модели, предложенной в работе [1], в электрическом поле происходит электромиграция кислородных групп и образование  $\text{sp}^3$  и  $\text{sp}^2$  взаимопроникающих доменов, которые контролируют переход структуры из высокоомного в низкоомное состояние и обратно.

#### Литература

[1] Gennady N. Panin, Olesya O. Kapitanova, Sang Wuk Lee, Andrey N. Baranov, and Tae Won Kang: Resistive Switching in Al/Graphene Oxide/Al Structure // Japanese Journal of Applied Physics. 2011, 50. p. 070110-1.

## ПОЛУЧЕНИЕ АМОРФНОГО УГЛЕРОДА ВЗРЫВНОЙ АМОРФИЗАЦИЕЙ АЛМАЗА ПРИ КОНТАКТЕ С ЖИДКИМ УГЛЕРОДОМ

Башарин А.Ю., Лысенко И.Ю.

*Объединенный институт высоких температур РАН, Москва  
ayb@iht.mpei.ac.ru, iul87@mail.ru*

При нагревании алмаза в вакууме или в инертной среде при низких давлениях, как правило, происходит его графитация. Нами произведен нагрев образца природного алмаза в результате его контакта с каплей жидкого углерода. Жидкий углерод был получен импульсным лазерным нагревом графита в инертной атмосфере при давлении 30 МПа. Структура алмаза в месте контакта с жидким углеродом исследована методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов. Обнаружено, что такой нагрев алмаза приводил к аморфизации его поверхностного слоя толщиной 700–800 нм. Обсуждается роль взрывных самораспространяющихся процессов при аморфизации алмаза.

## ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ЗАРЯДОВЫХ ЭФФЕКТОВ КЛАСТЕРОВ СЕРЕБРА В РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ ПРОПИЛЕНА

Полынская Ю.Г., Пичугина Д.А., Кузьменко Н.Е.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва*

*Julia.g.snyga@gmail.com*

В последнее время появляется все больше работ по изучению свойств и строения наноструктурированных частиц. Особый интерес уделяется переходным металлам первой группы: медь, серебро и золото. Было показано, что с наносостоянии данные металлы проявляют большую активность как катализаторы в различных реакциях. Наночастицы серебра используются как катализаторы в реакциях окисления непредельных углеводородов. Многие исследователи считают, что уникальность и активность серебра в данных реакциях связана с присутствием тех или иных форм кислорода на его поверхности. Выделяют четыре формы кислорода: атомарный электрофильный, атомарный нуклеофильный, молекулярный и подповерхностный. Кроме кислорода на протекание реакции влияет форма и размер катализатора. Влияние форм кислорода, а также структурных эффектов катализатора мы рассматриваем на примере реакции окисления пропилена до оксида пропилена. Расчеты выполнены методом функционала плотности

(DFT/PBE/Λ) в программе PRIRODA v08; расчет распределения электронной плотности проводился в программе DMol<sup>3</sup>.

На первом этапе работы была проведена оптимизация кластеров серебра Ag<sub>n</sub> и смешанных кластеров золота и серебра Ag<sub>n-1</sub>Au. Показано, что при замене одного атома серебра на атом золота форма кластера практически не изменяется. Адсорбция атомарного и молекулярного кислорода на кластерах серебра моделировалась по трем неэквивалентным атомам, которые находятся на вершине, ребре и грани тетраэдрического кластера. Как атомарный, так и молекулярный кислород связываются только с вершинными и реберными атомами, то есть с угловыми атомами кластера. При моделировании адсорбции кислорода на смешанных кластерах было показано, что кислорода также адсорбируется на реберных и вершинных атомах, но в отличие от серебра форма кластера не искажается. Было рассчитано распределение зарядов при адсорбции кислорода на кластеры. При взаимодействии кислорода с поверхностью катализатора происходит перераспределение электронной плотности, что ведет к появлению новых адсорбционных центров.

Реакция активации кислорода на катализаторе – лимитирующая стадия процесса окисления, поэтому был проведен поиск механизма диссоциации молекулярного кислорода на серебряных и золото-серебряных кластерах. Энергия активации диссоциации молекулярного кислорода на Ag<sub>20</sub> составляет 150 кДж/моль, когда на кластере Ag<sub>19</sub>Au энергия активации в три раза меньше. Полученные данные – пример влияния золота на наночастицы серебра.

Следующим этапом нашей работы является моделирование реакции окисления пропилена до оксида пропилена на окисленных комплексах Ag<sub>20</sub>O с вершинной и реберной координацией кислорода на кластере. Было найдено, что интермедиатами данной реакции являются четырех- и пяти-членных оксиметаллические комплексы. Было проведено моделирование основной и побочных реакции на окислены комплексах Ag<sub>20</sub>O<sub>2</sub>.

Полученные нами результаты необходимы для усовершенствования процесса окисления пропилена до оксида пропилена в промышленности.

*Квантово-химические расчеты выполнены на суперкомпьютере СКИФ МГУ «Чебышев». Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 12-03-31011, 13-03-00320, 11-01-00280, Грант Президента МК-92-2013-3.*

## РАЗРАБОТКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ БАЗАЛЬТОВОГО ВОЛОКНА

Рыбин В.А.

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск  
vyacheslav-rybin@yandex.ru*

Базальтовое волокно широко применяется в различных областях промышленности и строительства, в том числе, и как армирующий элемент композитов. Высокий интерес к базальтовому волокну обусловлен наилучшим соотношением между его характеристиками и ценой, среди всех стеклянных, углеродных и полимерных волокон. Так, использование базальтового волокна для армирования бетонов позволяет повысить в несколько раз долговечность, трещиностойкость, ударную прочность фибробетона. В последние годы появился особый интерес к так называемым оптомеханическим композитам – материалам со стеклянной матрицей, армированной оксидными волокнами. Такие композиты проявляют не только высокую прочность и трещиностойкость благодаря присутствию прочных стеклянных или базальтовых волокон, но и прозрачность. Они рассматриваются как перспективные материалы для высокопрочных бронированных окон и других приложений.

Известно, что механическое поведение композитов, армированных волокнами, зависит от процессов, происходящих на границе волокно-матрица. Для того чтобы контролировать эти процессы, на волокна предварительно наносят тонкое наноразмерное покрытие, функции которого заключаются не только в обеспечении оптимальной адгезии на границе волокно-матрица, но и в предотвращении нежелательных химических реакций, которые могут протекать в процессе изготовления композита. Так, например, установлено, что базальтовое волокно медленно деградирует в сильнощелочной среде, которая образуется при приготовлении бетона и сохраняется в процессе его отвержения.

Целью настоящей работы является разработка и исследование многофункциональных наноразмерных покрытий для базальтового волокна на основе диоксидов циркония и титана.

Для нанесения покрытий на базальтовое волокно диаметром 14 мкм использовались водно-спиртовые и водные золи гидратированных оксидов циркония и титана, полученные из  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  и  $TiCl_4$  прекурсоров. Стадия нанесения покрытия включала погружение волокон в золь, сушку и термообработку для удаления растворителя и кристаллизации диоксидов циркония и титана. Исследование морфологии модифицированных волокон показало, что покрытия равномерные, гладкие, их толщина составляет 300-400 нм и 400-1000 нм для  $ZrO_2$  и  $TiO_2$ , соответственно. На некоторых волокнах заметно наличие длинных,

протяженных структур – следов золя, задержавшихся между близко расположенными филаментами. Показано, что нанесение покрытий на волокна приводит к падению механической прочности на растяжение.

Разработаны методики длительного щелочного травления базальтового волокна с нанесенными на него покрытиями из диоксидов циркония и титана в растворах NaOH и Ca(OH)<sub>2</sub>. Анализ морфологии, элементного микроанализа, фазового состава и механической прочности волокон позволил составить схему щелочного травления базальтового волокна через тонкий нерастворимый слой защитного покрытия. Согласно полученным результатам, наличие на поверхности волокна защитной пленки толщиной в несколько сотен нанометров из диоксидов циркония и титана в значительной степени замедляют процесс деградации. Исследованы особенности травления базальтовых волокон в разных щелочных средах.

*Данная работа поддержана проектом ОХНМ РАН №И-5.2.1.*

## **СИНТЕЗ И ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ФТОРСОДЕРЖАЩЕГО ДИОКСИДА ТИТАНА**

Садовников А.А.<sup>1</sup>, Баранчиков А.Е.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва

<sup>2</sup>Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва  
*trinki13@gmail.com*

Одной из основных областей применения нанокристаллических функциональных материалов на основе диоксида титана является фотокаталитическая очистка воды и воздуха от органических загрязнений. Основным недостатком фотокатализаторов на основе диоксида титана является то, что они поглощают солнечный свет практически только в УФ диапазоне. Увеличения фотокаталитической активности TiO<sub>2</sub> можно достичь за счет его допирования другими элементами (как правило, это приводит к сдвигу края полосы поглощения в видимую область). Кроме того, для улучшения сорбционных характеристик TiO<sub>2</sub> используют модификацию его поверхности.

В последнее время появились публикации, посвященные получению диоксида титана, модифицированного фторид-анионами, который обладает высокой фотокаталитической активностью. При этом фторид-анионы могут входить как в подрешетку кислорода, так и сорбироваться на поверхности TiO<sub>2</sub>. В то же время, вопрос о преимущественной локализации фтора в структуре диоксида титана в зависимости от метода синтеза остается во многом открытым. В работе [1] для синтеза

нанокристаллического диоксида титана с высокой фотокаталитической активностью было предложено использовать метод гидротермальной обработки растворов сульфата титанила в присутствии фторид ионов. Высокую фотохимическую активность получаемого таким образом диоксида титана авторы объясняют высокой относительной площадью реакционноспособных неравновесных граней (001) на поверхности кристаллов  $\text{TiO}_2$ .

Целью настоящей работы являлась разработка методов синтеза фторсодержащего диоксида титана с высокой фотокаталитической активностью с использованием гидротермально-микроволновой обработки.

В ходе выполнения работы было проведено систематическое исследование влияния условий гидротермально-микроволнового синтеза диоксида титана в присутствии  $\text{HNO}_3$  или  $\text{NH}_4\text{F}$  на его физико-химические характеристики и фотокаталитическую активность. Показано, что с увеличением температуры ( $170\text{--}200^\circ\text{C}$ ) и продолжительности ( $30\text{--}160$  мин) гидротермально-микроволновой обработки происходит заметное увеличение размера частиц (от  $\sim 9$  до  $\sim 20$  нм), а также закономерное снижение величины удельной площади поверхности (от  $\sim 250$  до  $\sim 100$   $\text{m}^2/\text{г}$ )  $\text{TiO}_2$ . Отметим, что увеличение концентрации фторида аммония (от  $0,25$  до  $1$  М) в реакционной смеси приводит к возрастанию удельной площади поверхности (от  $\sim 100$  до  $\sim 250$   $\text{m}^2/\text{г}$ ). Было показано, что фторсодержащий диоксид титана, получаемый гидротермально-микроволновой обработкой ксерогелей гидратированного диоксида титана в присутствии  $1\text{M}$   $\text{NH}_4\text{F}$ , характеризуется фотокаталитической активностью в реакции разложения красителя кристаллического фиолетового, превышающей аналогичную величину для коммерческого фотокатализатора Evonik Aeroxide®  $\text{TiO}_2$  P 25 в  $1,5\text{--}2$  раза. Установлено, что при гидротермально-микроволновом синтезе диоксида титана в присутствии фторида аммония F-ионы локализуются на поверхности  $\text{TiO}_2$ .

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №12-03-12002-офи\_м, а также Программ фундаментальных исследований Президиума РАН.*

#### *Литература*

1. J. Yu, Sh. Liu, H. Yu *J. of Catalysis.*, 2007, 249, 59–66.

## РАЗРАБОТКА ЭФФЕКТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ Fe-Cr-Co МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Алымов М.И., Устюхин А.С., Миляев И.М., Левинский Ю.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
fcbneo@yandex.ru.*

Деформируемые магнитотвердые материалы системы Fe-Cr-Co используются, главным образом, для производства малогабаритных постоянных магнитов. Высокая пластичность обеспечивает возможность изготовления деталей сложной формы и использования в условиях высоких ударных и вибрационных нагрузок. Можно констатировать, что проблеме получения постоянных магнитов из Fe-Cr-Co магнитотвердых сплавов методами порошковой металлургии уделялось недостаточно внимания. Существенным недостатком порошковых магнитотвердых сплавов является остаточная пористость. Пористость негативно сказывается в первую очередь на магнитных свойствах материала. Но насколько сильно её влияние в частности в сплавах системы Fe-Cr-Co – сказать сложно, поскольку эта область мало изучена. Например, в предыдущих исследованиях [1] удавалось получать образцы магнитотвердых сплавов системы Fe-Cr-Co с пористостью около 2–4 % при температуре спекания 1420 °С в течение 2,5 часов. Тем не менее, стоит отметить, что такая температура высока для оборудования, которое используется на предприятиях.

В данной работе было исследовано влияние температуры спекания на пористость и магнитные свойства сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W-0,5Si (% масс.), который в свою очередь является составной частью матрицы планирования экспериментов по исследованию магнитных гистерезисных свойств сплавов системы Fe-Cr-Co-Mo-W. Образцы получали методом порошковой металлургии, включающим в себя смешивание исходных порошков в турбулентном смесителе, холодное прессование и спекание в вакууме с последующей термомагнитной обработкой для создания высококоэрцитивного состояния. Спекание проводили при различных температурах, но одинаковом времени выдержки. Оказалось, что при повышении температуры до 1350°С включительно, плотность порошковых спеченных образцов постепенно растет. При дальнейшем увеличении температуры спекания значения плотности практически не изменяются и находятся в диапазоне 7,89 – 7,93 г/см<sup>3</sup>. Тем не менее, наилучшие магнитные свойства наблюдались у образцов спеченных при 1300-1330°С:  $B_r = 1,12 - 1,16$  Тл,  $H_c = 57,8 - 59,5$  кА/м,  $(BH)_{max} = 30,5 - 33,2$  кДж/м<sup>3</sup>, что выше чем у сплава 30X23КА ( $B_r = 1,0$  Тл,  $H_c = 55,0$  кА/м,

$(BH)_{\max} = 30,0 \text{ кДж/м}^3$ ). В целом высокий уровень магнитных свойств данного сплава сохраняется при понижении температуры спекания до  $1200^\circ\text{C}$ . Последовательное же ухудшение магнитных характеристик при температурах спекания выше  $1330^\circ\text{C}$  объясняется возникновением довольно серьезной неоднородности по хим. составу между поверхностным слоем и объемом образца из-за испарения хрома в ходе спекания. Можно сказать, что для данной системы этот процесс сказывается сильнее на магнитных свойствах, нежели пористость.

На данный момент для сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W-0,5Si оптимальная температура спекания составляет  $1300\text{-}1330^\circ\text{C}$ , что в целом позволяет использовать данную технологию на предприятиях, выпускающих порошковые постоянные магниты из магнитотвёрдых сплавов системы Fe-Ni-Al-Co-Cu (Алнико), которые близки по своим характеристикам к сплавам Fe-Cr-Co.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 12-08-31373.*

#### *Литература*

1. Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А., Миляев И.М., Юсупов В.С., Устюхин А.С. Влияние легирования и режима спекания на магнитные гистерезисные свойства Fe-Cr-Co порошкового сплава. Физика и химия обработки материалов, 2011, №3, с. 34-38.

## **БИОРЕЗОРБИРУЕМЫЕ РЕАКЦИОННО-СВЯЗАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ТКАНЕВОЙ ИНЖЕНЕРИИ**

Филиппов Я.Ю.<sup>1,3</sup>, Ларионов Д.С.<sup>1</sup>, Путляев В.И.<sup>1,2</sup>, Агахи К.А.<sup>3</sup>,  
Ковальков В.К.<sup>3</sup>, Соколов А.В.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва

<sup>2</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Химический факультет, Москва

<sup>3</sup>НИИ Механики МГУ им. М.В.Ломоносова, Москва

*filippovya@gmail.com*

На сегодняшний день наиболее перспективными в области остеопластики являются биорезорбируемые материалы, которые несут механическую нагрузку как имплантат лишь на начальных этапах эксплуатации, постепенно замещаясь природной костной тканью. Классические керамические материалы обладают низкой скоростью, а биоцементы, несмотря на высокие биологические, обладают недостаточной прочностью и могут разрушаться в процессе эксплуатации. Компромиссным решением является использование

реакционно связанных материалов, которые сочетают в себе высокую биоактивность и приемлемые механические характеристики.

В качестве прекурсора для приготовления исходной пасты использовали  $\alpha$ -трехкальциевый фосфат ( $\alpha$ - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), который обладает достаточно высокой относительно других фосфатов кальция растворимостью при использовании воды и водных растворов в качестве дисперсионной среды. Полученную пасту формовали посредством прессования под давлением 300 МПа, после чего помещали в различные среды (вода, растворы цитрата и гидрокарбоната натрия) на различные промежутки времени (от 1 часа до 7 суток).

С помощью количественного рентгенофазового анализа по методу Чанга были построены зависимости степени превращения от времени протекания реакции в разных средах при различных температурах, а также построены кинетические кривые соответствующей реакции.

Анализ микроструктуры показал, что гидролиз ТКФ в воде начинается с образования мелких игольчатых кристаллов апатита, которые затем, срстаются в пластинки при низких температурах. В случае цитрата натрия на начальном этапе наблюдается образование гелеобразной структуры, из которой затем формируются плотно упакованные кристаллы сферической формы размером порядка 50 нм при низких температурах, либо. комбинированная морфология с присутствием как сферических, так и вытянутых частиц при более высоких температурах. В случае гидрокарбоната натрия наблюдается образование сферических частиц размером порядка 100-200нм. И в случае цитрата натрия и в случае гидрокарбоната наблюдается значительное уменьшение размером кристаллов ГАП, что приводит увеличению прочности и растворимости в среде организма.

Полученные материалы показали высокие механические характеристики (~80-90 МПа на сжатие) при использовании воды и раствора гидрокарбоната натрия, а также достигнута прочность, характерная для природной костной ткани, (~180 МПа на сжатие) при использовании раствора цитрата натрия в качестве буферной среды.

Из анализа фазовых контактов полученных материалов, показавшего наличие преимущественных углов взаимной ориентации ( $60^\circ$ ) соседних контактирующих частиц, и оценки энергии их связи был сделан вывод о взаимной подстройке кристаллических решеток в области срастания.

*Представленные исследования поддержаны грантами РФФИ 10-03-00866, 11-03-12179-офи-м-2011, 12-03-01025, 12-08-00681, 12-08-33125 мол а вед и 11-08-01015а, ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы" (мероприятие 1.2.2, государственный контракт No. 14.740.11.0277).*

## ВОЗДЕЙСТВИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА МЕЗОСТРУКТУРУ АМОРФНОГО ГИДРАТИРОВАННОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Япрынцев А.Д.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
yaprynsev@yandex.ru*

Использование подходов «мягкой химии» позволяет получать нанокристаллические и высокодисперсные оксидные материалы с заданными морфологическими и функциональными характеристиками. Гибкость указанных подходов связана не только с возможностью варьирования условий проведения синтеза (таких как температура реакционной среды, состав раствора, использование поверхностно-активных веществ и т.п.), но и использованием дополнительных физических воздействий на систему, таких, например, как микроволновая или ультразвуковая обработка.

Механизмы протекания реакций при ультразвуковом воздействии (сонохимических реакций) в гомогенных жидкофазных системах к настоящему времени достаточно хорошо изучены и могут быть описаны в рамках альтернативных теорий «горячей точки» и «локальной электризации». С другой стороны, представления о специфике мощного акустического воздействия на физико-химические процессы, протекающие в гетерогенных системах (в первую очередь в золях и суспензиях аморфных веществ), развиты в значительно меньшей степени.

Целью настоящей работы является установление особенностей формирования гидратированного диоксида циркония в условиях мощного ультразвукового воздействия, а также изучение процессов его термического разложения.

В рамках работы были решены следующие задачи:

1. Осаждение гидратированного диоксида циркония из различных прекурсоров при различных рН среды, как в условиях ультразвукового воздействия, так и без него;
2. Термическая обработка полученных ксерогелей;
3. Характеризация полученных образцов методами рентгенофазового и термического анализа, методом низкотемпературной адсорбции азота;
4. Анализ структуры аморфного  $ZrO_2 \cdot nH_2O$  методом МУРР (SAXS) и МУРН (SANS).

Установлено, что применение ультразвукового воздействия при осаждении гелей гидратированного диоксида циркония из водного раствора нитрата цирконила приводит к уменьшению количества сорбируемых ионов в гелях  $ZrO_2$ . Удельная площадь поверхности ксерогелей гидратированного диоксида циркония, полученных в

условиях ультразвуковой обработки, значительно превышает аналогичную характеристику контрольных образцов, в особенности в области низких рН среды.

Установлено, что использование ультразвуковой обработки при осаждении  $ZrO_2 \cdot nH_2O$  методом гидролиза пропоксида циркония водными растворами азотной кислоты и аммиака в широком диапазоне рН позволяет не только увеличить удельную площадь поверхности получаемых ксерогелей (до  $250 \text{ м}^2/\text{г}$ ), но и существенно увеличить фрактальную размерность их поверхности (вплоть до 2.9–3.0).

## СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ФИЛЬТРУЮЩИХ СИСТЕМ С ПОМОЩЬЮ ЭТАЛОНА ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ

Бектурганова Г.К., Веретельников Н.В.

*Казахстанский институт метрологии, Астана*  
*gulmirabekt@inbox.ru*

Микрочастицы, растворенные в воздухе, могут быть различной природы: взвешенные частицы пыли, дыма, частицы образованные в результате фотохимической реакции, частицы соли, частицы воды.

Они сильно различаются по своей способности влиять не только на прозрачность атмосферы, климат, но и на здоровье и качество жизни человека. Все частицы находящиеся в воздухе являются примерами аэрозолей. Аэрозоли – это мельчайшие частицы твердого или жидкого вещества, находящиеся во взвешенном состоянии в газообразной среде. Частицы в аэрозолях могут переносить на своей поверхности различные бактерии и вирусы. Поэтому перед лицом производств требующих особых условий окружающей среды (производство электроники, высокоточных измерительных приборов, медицинских препаратов) встала необходимость в очистке воздуха от мелких частиц. В настоящее время на рынке представлен широкий выбор воздушных фильтров, обеспечивающих очистку воздуха от мельчайших частиц, служащих переносчиками бактерий и вирусов.

С помощью оборудования компании TSI, США, на базе государственного эталона дисперсных параметров аэрозолей, были проведены исследования по определению эффективности фильтрационной установки

Для проведения исследований использовался пульверизатор постоянного потока 3076 «TSI», электростатический классификатор 3080 «TSI», и счетчик частиц 3785 «TSI».

Измерение концентраций мелкодисперсных частиц в воздухе проводились в лабораторных условиях, при температуре 23,2°C, относительной влажности 52%, первая проба отбиралась при выключенном приборе, затем прибор был включен и, была взята проба воздуха, выходящего из прибора.

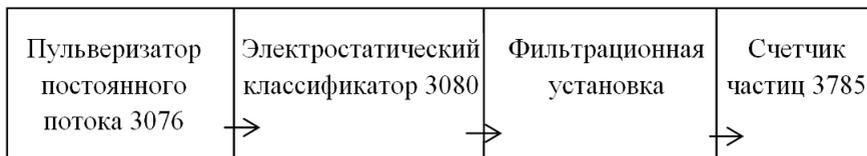


Рис. 1. Схема подключения фильтрационной установки.

Концентрация частиц на  $1 \text{ см}^3$  размером от 0,015 до 0,3 мкм в воздухе до включения прибора составила 2435,587, размером от 0,3 до 0,5 мкм – 9,1, от 0,5 до 0,8 – 0,983333. После включения прибора концентрация частиц на выходе прибор составила для частиц от 0,015 до 0,3 мкм, составила 78,85485, для частиц диаметром от 0,3 до 0,5 мкм – 0,0465, для частиц диаметром от 0,5 до 0,8 мкм – 0, следовательно, эффективность очистки воздуха от частиц размером от 0,015 до 0,3 мкм составляет 96,76%, для частиц диаметром от 0,3 до 0,5 мкм – 99,49%, для частиц диаметром от 0,5 до 0,8 мкм 100%.

1. William C. Hinds. *Aerosol Technology Properties, Behavior, and Measurement of Airborne Particles*-Wiley-Interscience 18 (1999) 465.

### **КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ АДСОРБЦИИ КИСЛОРОДА И МОНООКСИДА УГЛЕРОДА НА СМЕШАННЫХ КЛАСТЕРАХ ЗОЛОТА**

Гоголь В.В., Пичугина Д.А., Кузьменко Н.Е.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва  
vl.gogol@gmail.com*

Последние годы особое внимание уделяется изучению наночастиц переходных металлов, в частности металлов 11 группы периодической системы: меди, серебра и золота. Это связано с их уникальными свойствами. Наночастицы Au и Cu используются в качестве катализаторов в реакции окисления CO – известного и широко используемого в промышленности процесса. Недавние исследования показали, что в данной реакции биметаллические наночастицы могут проявлять большую каталитическую активность, чем их аналоги, содержащие один металл в своем составе. Так же известно, что кислород играет ключевую роль в реакции окисления, а активация кислорода является лимитирующей стадией в большинстве реакций окисления. Поэтому необходимо детальное изучение взаимодействия молекул кислорода и оксида углерода со смешанными кластерами золота и меди, а

также изучение влияния структурных эффектов - размера и формы кластера - на их адсорбцию.

В настоящей работе расчеты проведены в рамках теории функционала плотности (DFT) с функционалом PBE с полноэлектронным  $\lambda$ -базисом в программе PRIRODA v 0.8. В качестве удобной модели для изучения различных структурных эффектов был выбран тетраэдрический кластер золота  $Au_{20}$ , в котором один атом золота был заменен на атом меди по трем неэквивалентным позициям.

На ходе исследования была проведена оптимизация смешанных кластеров состава  $Au_{19}Cu$ . Установлено, что при такой замене атома золота форма кластера практически не изменяется. При моделировании адсорбции атомарного и молекулярного кислорода, а также оксида углерода на смешанных кластерах  $Au_{19}Cu$  рассматривались различные способы координации  $O_{ат}$ ,  $O_2$  и  $CO$  относительно неэквивалентных атомов. Так как основное состояние кислорода триплетное, то рассматривалось образование как синглетных, так и триплетных комплексов металла с кислородом. Были получены структуры с тремя типами адсорбции: 1) молекулярной, 2) мостиковой, 3) диссоциативной. Наибольшая активация кислорода происходит при диссоциативной адсорбции. Показано, что в отличие от кластеров золота, кислород может адсорбироваться и в случае координации  $O_2$  на грани кластера  $Au_{19}Cu$ . Установлено, что адсорбция оксида углерода на смешанных кластерах золота и меди происходит аналогично адсорбции  $CO$  на кластерах золота.

Полученные результаты необходимы для дальнейшего изучения окисления оксида углерода до углекислого газа на смешанных кластерах золота и меди.

*Квантово-химические расчеты выполнены на суперкомпьютере СКИФ МГУ «Чебышев». Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 12-03-31011, 13-03-00320, 11-01-00280, Грант Президента МК-92-2013-3.*

## **ОЦЕНКА БЕЗОПАСНОСТИ НАНОМАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЧВЕННЫХ НЕМАТОД**

Давлетшина Г.И., Минуллина Р.Т.

*Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань  
natmaz1000@gmail.com, mirenata1612@gmail.com*

Поскольку данные по воздействию наноматериалов на живые системы весьма ограничены, актуальной задачей является оценка безопасности наноразмерных частиц на разных уровнях организации живого.

Целью нашей работы явилось разработать простой и достоверный метод оценки безопасности наноматериалов с использованием свободноживущих почвенных нематод *Caenorhabditis elegans*. Использование нематод позволяет оценить комплексное влияние наноматериалов на целостный организм.

Впервые для анализа влияния наночастиц на физиологическое состояние червей использованы наномодифицированные микроорганизмы – пища нематод. Наночастицы, в определенной концентрации, наносили непосредственно на поверхность одноклеточных организмов. Покрытые наночастицами микроорганизмы добавляли, как корм, в питательную среду с нематодами. Спустя трое суток оценивали токсическое влияние исследуемых наноматериалов на рост, репродуктивность, термостабильность, продолжительность жизни *C. elegans*. Распределение наночастиц в теле нематод наблюдали с помощью микроскопии. Использованный способ доставки наночастиц внутрь нематод оказался удобным для изучения влияния различных наноматериалов в системе *in vivo*.



Рисунок 1. Аккумуляция агрегатов наночастиц магнетита по всему пищеварительному тракту *C. elegans*.

В работе показано, что бактерии, покрытые положительными полиаллиламин гидрохлорид–стабилизированными наночастицами оксида железа ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) с концентрацией 0,05 мг/мл, обладают низкой токсичностью: приводят к небольшому снижению репродуктивности в расчете на одну гермафродитную особь (20%) и не оказывают ингибирующего влияния на рост. Несмотря на небольшое снижение репродуктивного потенциала, в целом, нематоды оставались способными к росту до взрослой особи и продуцирующими потомство.

Также установлено, что нематоды с магнитными наночастицами внутри могут быть извлечены из суспензии при помощи постоянного магнита.

Таким же методом изучали влияние наночастиц серебра (концентрация 0,1 мг/мл) на жизнедеятельность нематод. После

выращивания червей с бактериями, покрытых серебряными наночастицами, нами выявлено, что под воздействием наносеребра нематоды не продуцируют потомство (нет беременных) и не растут (в контроле средняя длина тела червей  $755 \pm 94$  мкм, в опыте -  $312 \pm 32$  мкм). То есть, наночастицы серебра оказывают негативное воздействие на многоклеточный организм *C. elegans*.

Разработанная методика проверки безопасности наноматериалов с использованием свободноживущих нематод *Caenorhabditis elegans* ускорит процесс, сэкономит время и снизит расходы начального этапа выбора наноматериалов для медицины и ветеринарии. Проверка ускорит предварительный отбор наноматериалов, по свойствам потенциально пригодных на роль компонентов лекарственных препаратов и их переносчиков. Затем признанные безопасными и отобранные для применения к живым организмам наноматериалы будут классическим путем исследованы на теплокровных животных.

*Работа поддержана грантом РФФИ № 12-04-32054.*

## **ОСТЕОКОНДУКТИВНАЯ РЕЗОРБИРУЕМАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ $\text{Ca}_{(3-x)}\text{M}_{2x}(\text{PO}_4)_2$ (M=Na, K)**

Евдокимов П.В., Путияев В.И.

*МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
pavel.evdokimov@gmail.com*

Разработка биоматериалов, на основе фосфатов кальция для замены или лечения поврежденной костной ткани, является одним из важных направлений современного неорганического материаловедения. В настоящее время на первый план вышел так называемый регенерационный подход, в рамках которого акцент делается на замещение биоматериала нативной растущей костью. Синтетический гидроксипатит кальция ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  – ГАП), является одним из основных компонентов современных биоматериалов из-за своего структурного сходства с минеральной составляющей костной ткани, однако такие материалы имеют следующие недостатки: низкая скорость биорезорбции *in vivo*, слабое стимулирующее воздействие на рост новой костной ткани (остеоиндукция), низкая трещиностойкость и малая усталостная прочность в физиологических условиях.

Одним из известных способов повышения резорбируемости фосфатных биоматериалов является переход к химическому модифицированию ГАП. Другой способ улучшения биологических характеристик материала заключается в переходе к материалам, содержащим более растворимые по сравнению с ГАП фосфаты кальция, в

частности, трикальциевый фосфат  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (ТКФ). Целью настоящей работы является получение материалов, предназначенных для замены костных тканей, обладающих повышенным уровнем резорбции по сравнению с ГАП и ТКФ. В качестве таковых предложено использовать двойные фосфаты кальция и щелочных металлов общей формулой  $\text{Ca}_{(3-x)}\text{M}_{2x}(\text{PO}_4)_2$  ( $x=0\div 1$ ,  $\text{M}=\text{Na}, \text{K}$ ) со структурой  $\beta$ -ТКФ ( $x<0.15$ ),  $\beta$ - $\text{CaNaPO}_4$  и  $\text{CaKPO}_4$  ( $x=1$ ). Стратегия повышения резорбируемости, принятая в работе, основана на уменьшения энергии решетки вследствие замены катиона  $\text{Ca}^{2+}$  на крупный однозарядный катион щелочного металла; при этом по мере замещения происходит смена структурного типа  $\beta$ -ТКФ  $\rightarrow$   $\beta$ - $\text{CaMPO}_4$ . В работе поставлены и решены следующие задачи: 1. Уточнение фазовых диаграмм систем  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ - $\text{CaMPO}_4$ ; 2. Оценка условий синтеза двойных фосфатов кальция и натрия  $\text{Ca}_{(3-x)}\text{Na}_{2x}(\text{PO}_4)_2$  с максимальным содержанием высокотемпературных фаз; 3. Получение керамических материалов на основе  $\text{Ca}_{(3-x)}\text{M}_{2x}(\text{PO}_4)_2$  ( $x=0\div 1$ ,  $\text{M}=\text{Na}, \text{K}$ ).

Исследование прочностных характеристик плотных керамик показало, что прочность (на изгиб) выше у средних составов  $\text{Ca}_{(3-x)}\text{M}_{2x}(\text{PO}_4)_2$   $x=0.6-0.7$  для Na и  $x=0.7$  для K. Для экстремальный ход зависимости прочности от состава коррелирует с плотностью керамик, хотя не может быть полностью объяснен только различной плотностью. Трещиностойкость (оцененная по длине медианных трещин вокруг отпечатка индентора Виккерса) также проходит через максимум меняясь от 0.6 для крайних составов до  $1.2 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ .

Полученные порошковые и компактные материалы были изучены с использованием следующих методов исследования: рентгенофазового анализа, высокотемпературного рентгенофазового анализа, электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, термогравиметрии, дифференциального термического анализа, дилатометрии, ИК-спектроскопии, ионометрии растворов.

## КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ В СИСТЕМЕ $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ , ПОЛУЧЕННЫЕ ИЗ КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ И ДИГИДРОФОСФАТА КАЛЬЦИЯ

Курбатова С.А.<sup>1</sup>, Сафронова Т.В.<sup>2</sup>, Пугляев В.И.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва

<sup>2</sup>МГУ им. М.В.Ломоносова, Химический факультет, Москва

*kurbatova.snezhana@yandex.ru*

В наши дни актуальным вопросом материаловедения и медицины является создание таких материалов, которые могли бы заменить или восстановить поврежденные участки кости. Такие материалы должны

соответствовать многим требованиям, но первую очередь должны быть биосовместимы с тканями организма. Также в зависимости от назначения керамический материал должен или обладать биорезистивностью (не растворяться в среде организма), или постепенно резорбироваться (растворяться) по мере роста костной ткани. Основой для биокерамики являются фосфаты кальция, так как они, как известно, составляют неорганическую часть естественной костной ткани.

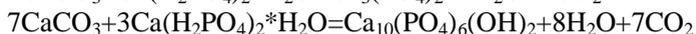
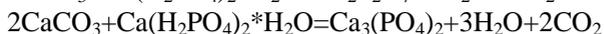
Целью нашей работы стало получение керамических материалов в системе  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$  из порошковых смесей, включающих соли-прекурсоры оксидов кальция и фосфора, изучение их фазового состава, усадки, изменения плотности и других свойств. Карбонат кальция был использован в качестве прекурсора  $\text{CaO}$ , а дигидрофосфат кальция был использован как прекурсор для  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Карбонат кальция был синтезирован методом осаждения из растворов при комнатной температуре при постоянном перемешивании. К раствору карбоната аммония приливали растворы трех различных солей кальция: хлорида, нитрата и ацетата.

Полученные порошки карбонатов кальция исследовали методами рентгенофазового анализа, термического анализа, получены микрофотографии. При использовании для синтеза хлорида кальция или ацетата кальция порошок представлял собой смесь кальцита и ватерита, а при использовании нитрата кальция фазовый состав был представлен кальцитом.

Затем синтезированные порошки карбоната кальция и дигидрофосфата кальция смешивали, используя планетарную мельницу, в стехиометрических количествах для получения пирофосфата кальция (ПФК), трехкальциевого фосфата (ТКФ) и гидроксиапатита кальция (ГАП). Мольное отношение  $\text{Ca/P}$  для ПФК, ТКФ и ГАП составило 1; 1,5 и 1,67 соответственно.

Расчет составов порошковых смесей проводили, предполагая, что при высокотемпературной обработке будут протекать следующие гетерогенные реакции:



Образцы, отпрессованные из подготовленных смесей обжигали при различных температурах в интервале от  $700^\circ\text{C}$  до  $1200^\circ\text{C}$  с шагом  $100^\circ\text{C}$

Для керамических материалов был исследован фазовый состав, плотность, усадка и другие параметры. После обжига при  $1100^\circ\text{C}$  усадка составила для ПФК примерно 30%, для ТКФ около 20% и для ГАП – 7%.

Таким образом, из порошковых смесей, компоненты которых способны вступать в реакцию при высокотемпературной обработке, получены керамические материалы, фазовый состав которых представлен различными фосфатами кальция, исследованы важные для керамики свойства.

### **Рt- и Рd-СОДЕРЖАЩИЕ ПРЕКУРСОРЫ ДЛЯ ТЕРМОКАТАЛИТИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ**

Лапшина М.М., Колесник И.В., Напольский К.С.

*МГУ им. М.В.Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
mashalpshn@gmail.com*

Контроль содержания горючих газов (в основном, метана) имеет большое значение для обеспечения безопасности на предприятиях, работающих с энергоресурсами. Для определения концентрации метана в настоящее время чаще всего используются термокаталитические сенсоры — устройства, принцип действия которых состоит в полном окислении метана кислородом на поверхности катализатора с последующим измерением теплового эффекта реакции. В качестве катализатора, как правило, выступают микро- и наночастицы благородных металлов (в основном, Pd, Pt; реже — Rh, Au), нанесенные на оксидный носитель.

Наибольший интерес представляет система Pd+Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обладающая высокой активностью и достаточной устойчивостью при рабочей температуре сенсора. Однако, она тоже имеет определенные недостатки, сказывающиеся на работе сенсора.

Обычно исходными соединениями, используемыми для нанесения частиц благородных металлов, являются их хлориды или хлоридные комплексы. Однако наличие остаточных ионов хлора после нанесения прекурсоров из раствора и последующего прокаливания приводит к уменьшению активности катализатора. Это, в свою очередь, ведет к снижению чувствительности сенсора и уменьшает срок его эксплуатации.

В связи с этим, целью данной работы является поиск оптимальных Рt- и Рd-содержащих прекурсоров, в составе которых нет хлора, для создания термокаталитических сенсоров. Среди комплексных соединений палладия и платины наибольший интерес представляют [Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>[Pt(NO<sub>2</sub>)<sub>4</sub>], [Pd(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>\*2H<sub>2</sub>O и раствор нитрата платины (IV) в азотной кислоте, поскольку они обладают достаточно высокой устойчивостью, растворимы в воде и разлагаются при температуре ниже 400-500°С.

Растворы [Pt(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, [Pd(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> и Na<sub>2</sub>[Pt(NO<sub>2</sub>)<sub>4</sub>] были использованы для создания термокаталитических сенсоров. Было

показано, что их чувствительность достигает чувствительности сенсоров, полученных при использовании в качестве исходных реагентов растворов  $H_2PtCl_6$  и  $PdCl_2$  с затратой меньшего количества драгоценного металла. Достоинством тетранитроплатоата натрия по сравнению с нитратом тетраамминплатины является его хорошая растворимость в воде. Сенсоры с катализатором, нанесенным из этого комплекса, были оставлены на проверку долговременности их работы. Установлено, что начальная чувствительность сначала снижается (в первые двое суток работы), а затем снова поднимается и стабилизируется. Начальное падение чувствительности, скорее всего, объясняется процессами, связанными с поведением частиц: их коагуляцией, спеканием.

Таким образом, комплексные соединения платины и палладия, не содержащие хлора в своем составе, являются перспективными соединениями для создания терموкаталитических сенсоров на метан.

## **ОДНОМЕРНЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МЕДИЦИНЫ**

Насакина Е.О., Севостьянов М.А., Леонова Ю.О.,  
Колмаков А.Г., Заболотный В.Т.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
nacakina@mail.ru*

В современном мире медицина активно использует достижения технических наук и в организм все чаще внедряются изделия из инородных ему материалов: металлов, керамики, полимеров и т.д. Однако, живое тело представляет собой чувствительную и одновременно весьма агрессивную среду, под физико-химическим воздействием которой многие материалы способны разрушаться, а продукты их разложения – оказывать отрицательное воздействие на сам организм. В данной работе исследован способ создания одномерного наноструктурированного композита, объединяющего в себе функциональные свойства двух материалов — нитинола, обладающего механической биосовместимостью [1 - 5], и тантала, который отличается крайне высокой коррозионной стойкостью в активной среде и практически идеальной биологической инертностью [6] - которые являются определяющим фактором для их применения в медицине.

В ходе работы были получены поверхностные слои из тантала толщиной от десятков до тысяч нанометров на проволочной основе из наноструктурированного нитинола методом магнетронного напыления в газовой среде аргона при рабочем давлении  $\sim 3 \times 10^{-3}$  Торр и температуре подложки  $\sim 100$  °С с вращением подложки. Аксиальный магнетрон с

мишенью из химически чистого тантала работал при дистанции напыления порядка 17 см на постоянном токе варьруемого в зависимости от задаваемой мощности значения ( $\sim 400$ -1100 мА) при напряжении  $\sim 400$  В при различном времени распыления (5-120 мин). Химический и фазовый состав образцов определяли с помощью рентгеновского дифрактометра, СЭМ и АЭС.

Толщина танталового слоя в большей степени зависела от времени: при прочих равных условиях чем больше было время распыления, тем толще (по нелинейному убывающему закону) становился суммарный слой. Данные АЭС свидетельствуют о наличии под поверхностным переходного слоя, обеспечивающего хорошую адгезию первого и нитиноловой подложки, которая также наблюдалась внешне и при статических испытаниях. Также слой был тем толще, чем больше была подаваемая на магнетрон мощность. При минимальной мощности, времени и максимальной дистанции напыления получались четкие поверхностные слои в сотни и десятки нанометров толщиной.

*Список литературы:*

1. Заболотный В.Т., Белоусов О.К., Палий Н.А., Гончаренко Б.А., Армадерова Е.А., Севостьянов М.А. Материаловедческие аспекты получения, обработки и свойств никелида титана для применения в эндоваскулярной хирургии // *Металлы*, 2011. №3. С.47-59.
2. Новиков И.И., Рощупкин В.В., Кольцов А.Г., Ляховицкий М.И., Покрасин М.А., Минина Н.А., Чернов А.И., Соболев Н.Л., Севостьянов М.А. Акустические свойства никелида титана. // *Перспективные материалы*, 2012. №5. С. 95-99.
3. Насакина Е.О., Байкин А.С., Севостьянов М.А., Колмаков А.Г., Заболотный В.Т., Солнцев К. А. Свойства наноструктурного никелида титана и композита на его основе // *Химическая технология*, 2013. № 1. С. 14-23.
4. Shabalovskaya S. On the nature of the biocompatibility and medical applications of NiTi shape memory and superelastic alloys // *Bio-Medical Materials and Engineering (Bio Med Mater Eng)*, 1996. № 6. P. 267 – 289.
5. В.О. Гюнтер, В.Н. Ходоренко, Ю.Ф. Ясенчук, Т.Л. Чекалкин. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения. // *Томск: Изд-во МИЦ*, 2006. - 296 с.
6. Вредные химические вещества. Неорганические соединения элементов I-VIII групп. // *Под ред. проф. В.А. Филова. Л.: «Химия», Т. 1,2, 1988. — 512 с.*

## ДИАГНОСТИКА ПЛЕНОК НИТРИДА КРЕМНИЯ ПЕРЕМЕННОГО СОСТАВА МЕТОДОМ УЛЬТРАМЯГКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Терехов В.А.<sup>1</sup>, Паринова Е.В.<sup>1</sup>, Антоненко А.Х.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж

<sup>2</sup>Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск  
*parinova@phys.vsu.ru*

В данной работе представлены результаты исследований электронного строения и фазового состава аморфных пленок  $a\text{-SiN}_x$  переменного состава, полученных осаждением и нитрированием поверхности кремния. В качестве метода исследования использовалась ультрамягкая рентгеновская эмиссионная спектроскопия USXES (Ultrasoft X-ray emission spectroscopy). Она является эффективным методом неразрушающего послойного анализа электронной структуры и фазового химического состава поверхностных слоёв твердого тела в диапазоне толщин от единиц до сотен нм.

Первая часть аморфных пленок  $a\text{-SiN}_x$  переменного состава (образцы  $\text{SiN}_x\text{-1}$  -  $\text{SiN}_x\text{-4}$ ) была получена осаждением из смеси моносилана с азотом. В этой группе от 1 к 4 образцу поток азота уменьшался. Вторая часть пленок (образцы  $\text{SiN}_x\text{-5}$  -  $\text{SiN}_x\text{-8}$ ) формировалась при прямом нитрировании поверхности кремния, то есть в плазме номинально чистого азота, без каких-либо других добавок.

Эмиссионные  $\text{Si } L_{2,3}$  спектры были получены на лабораторном ультрамягком спектрометре-монокроматоре РСМ-500. Эмиссионные  $L_{2,3}$  спектры кремния дают информацию о локальной парциальной плотности занятых электронных состояний в валентной зоне [1]. Зарегистрированы  $\text{Si } L_{2,3}$  спектры аморфных пленок  $a\text{-SiN}_x$  переменного состава при ускоряющем напряжении 1, 2, 3 кВ, что соответствует глубине анализа метода USXES ~ 10, 35 и 60 нм. Полученные данные были сопоставлены со спектрами USXES эталонных образцов. При помощи специального программного обеспечения был проведён анализ фазового состава поверхностных слоёв исследованных образцов по результатам математического моделирования экспериментально полученных  $L_{2,3}$  спектров кремния. В качестве эталонных образцов для разложения экспериментальных спектров были выбраны спектры образцов кристаллического кремния  $c\text{-Si}$ , нитрида кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , диоксида кремния  $\text{SiO}_2$ . Также для анализа полученных экспериментальных спектров использовались данные статьи [2], в которой приведены спектры УМРЭС аморфных оксинитридов кремния переменного состава от  $\text{SiO}_2$  до  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Моделирование полученных данных USXES показало наличие в спектрах пленок оксинитрида кремния фазы диоксида кремния, нитрида кремния, а также избыточного элементарного кремния. В пленках первой

группы отмечается существенное содержание не только нитрида, но и оксидов. При этом содержание оксидов растет к поверхности. Этот результат свидетельствует о том, что достаточно вероятным является процесс окисления кремния в остаточной атмосфере при формировании нитрида кремния. В пленках второй группы также отмечается значительное содержание оксидов. При этом для двух пленок  $\text{SiN}_{x-7}$  и  $\text{SiN}_{x-8}$ , полученных при прямом нитрировании поверхности кремния, не удалось провести достаточно адекватное математическое разложение полученных экспериментальных спектров на эталонные, что свидетельствует о присутствии в их составе фаз, спектры которых нам неизвестны. Возможно, это вызвано тем, что в данных пленках  $\text{SiN}_x\text{O}_y$  формируется иной характер химического окружения, чем в эталонных оксинитридах различного состава. Данный вопрос требует более детального рассмотрения в дальнейших экспериментах.

*Список литературы*

1. Зимкина Т.М. Ультратонкая рентгеновская спектроскопия / Т.М. Зимкина, В.А. Фомичёв // Изд-во ЛГУ. – 1971. – Ленинград. – С. 132.
2. Брытов И.А., Гриценко В.А., Ромащенко Ю.Н. // ЖЭТФ. 1985. Т. 8, № 2(8). С. 562-572.

**ЭЛЕКТРОДЫ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ НАНОЧАСТИЦАМИ  
ЗОЛОТА ДЛЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЛУТАТИОНА**

**Перевезенцева Д.О.<sup>1</sup>, Горчаков Э.В.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>*Томский политехнический университет, Томск*

<sup>2</sup>*Ставропольский государственный аграрный университет, Ставрополь  
dop@tpu.ru*

Известно, что для определения глутатиона традиционно используют хроматографические и спектрофотометрические методы. Электрохимические методы с использованием традиционных электродов не позволяют достигать низких пределов обнаружения. Использование электродов, модифицированных наночастицами металлов позволяет увеличить чувствительность его определения [1]. Целью данной работы являлось изучение электрохимического поведения глутатиона на графитовых электродах, модифицированных наночастицами золота (ГЭ- $\text{Au}_{\text{-nano}}$ ) и возможность использования графитовых электродов, модифицированных наночастицами золота для его определения.

Золь золота получали методом химического восстановления с использованием цитрата и борогидрида натрия в отсутствие

высокомолекулярных стабилизаторов по методике, описанной в [2]. Определение характеристик золей проводили при помощи методов просвечивающей электронной микроскопии, pH-метрии, спектрофотометрии. Морфологию поверхности ГЭ определяли методом растровой электронной микроскопии (JSM-5500). Модифицирование поверхности ГЭ наночастицами золота проводили по следующей методике. ГЭ помещали в электрохимическую ячейку, заполненную 10 мл золя золота, затем этот электрод ополаскивали дистиллированной водой и регистрировали вольтамперограммы глутатиона в двухэлектродной ячейке в режиме циклической вольтамперометрии при линейном изменении потенциала в диапазоне от  $-1,0$  до  $+1,0$  В при скорости развертки потенциала  $w = 100$  мВ/с в различных фоновых электролитах..

На ГЭ глутатион не проявляет электрохимической активности при концентрации  $2 \cdot 10^{-12}$  моль/л. На ГЭ, модифицированном наночастицами золота, глутатион проявляет электрохимическую активность. На анодной ветви циклической кривой наблюдается два максимума при потенциалах, равных потенциалам окисления модификатора. На катодной ветви наблюдается обратный катодный максимум при потенциале 0 В. В растворах других фоновых электролитов, таких как 0,1 М HCl, 0,1 М KClO<sub>3</sub>, 0,1 М фосфатный буфер (pH=6,86) обратного катодного максимума не проявляется. Выбрано оптимальное время накопления наночастиц золота по величине максимального тока окисления глутатиона. Предложен механизм окисления глутатиона на поверхности ГЭ, модифицированного наночастицами золота.

Предложен способ вольтамперометрического определения Glu на ГЭ-Au-<sub>нано</sub> в щелочной среде [3]. Использование ГЭ-Au-<sub>нано</sub> позволяет повысить чувствительность вольтамперометрического определения глутатиона по сравнению с известными в литературе на четыре порядка.

#### Список литературы

1. Вертелов Г.К., Оленин А.Ю., Лесичкин Г.В. Применение наночастиц в электрохимическом анализе биологических объектов // Журн. аналит. химии. – 2007. – Т. 62. – № 9. – С. 903–915.
2. Коршунов А.В., Перевезенцева Д.О., Коновчук Т.В., Миронец Е. В. Влияние дисперсного состава золей серебра и золота на их электрохимическую активность // Известия ТПУ. – 2010. – Т. 317. – № 3. – с. 6–13
3. Перевезенцева Д.О., Горчаков Э.В. Заявка 2012139936 на патент РФ от 18.09.12

## СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЯ АНТИФРИКЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ РОТОРОВ ВЫСОКОСКОРОСТНЫХ МАШИН

Проскурина О.И., Антипов В.Н., Кручинина И.Ю., Московская В.В.  
*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенникова РАН, Санкт-Петербург*  
*mailbox\_pro@mail.ru*

Разработка энергосберегающих технологий в настоящее время является приоритетным направлением развития науки и техники.

Одним из объектов энергосбережения является малая энергетика, включая газотурбинные высокоскоростные машины. Они представляют собой модульную, экологически чистую, требующую минимального обслуживания систему для производства тепла и электроэнергии.

Цель исследования - разработка антифрикционных нанокompозитных покрытий поверхности ротора, снижающих как механические потери, так и нагрев ротора, с целью повышения показателей эффективности высокооборотных электромеханических преобразователей энергии. Механические потери от трения бочки ротора о воздух пропорциональны частоте вращения генератора в третьей степени и составляют (в высокооборотном синхронном генераторе мощностью 6 МВт при частоте вращения 12000 об/мин) по результатам наших исследований до 1% полезной мощности (от 42-63КВт). Частота вращения современных мини-турбогенераторов малоразмерных газотурбинных установок достигает 70000 об/мин, поэтому трение о воздух является значимой проблемой.

Мы предлагаем решать данную проблему с помощью покрытий, способных уменьшать потери на трение о воздух поверхности ротора за счет особых эффектов.

В результате исследования нами было предложено и проверено несколько гипотез по уменьшению механических потерь от трения о воздух, такие как:

- гипотеза супергидрофобной поверхности
- гипотеза пьезоэлектрической поверхности

Гипотеза супергидрофобной поверхности основана на способности улучшать аэродинамические свойства, т.е. увеличивать расстояние между поверхностью ротора и потоком воздуха за счет влияния «кратероподобной» поверхности, характерной для покрытий данного типа, на воздушный поток, путем разбивания его на более мелкие завихрения.

Гипотеза пьезоэлектрической поверхности основана на создании дополнительного слоя ионов на поверхности ротора. Этот эффект достигается за счет внедрения в пленку покрытия частиц пьезоэлектрика.

Для проверки этих двух гипотез было синтезировано по 2 покрытия, используя золь-гель технологию, как самую простую энергоэффективную и позволяющую варьировать параметры получаемой пленки.

В качестве источника заряженных частиц мы использовали пьезоэлектрик (титанат бария с размером частиц 40-60 нм), который был внедрен в матрицу пленкообразующего золь на основе винилтриэтоксисилана. Покрытие наносили на ротор с помощью распыления до получения равномерного слоя.

Уровень шероховатости был определен с помощью атомно-силового микроскопа и сопоставлен с ГОСТ 2789-73. Шероховатость непокрытого ротора соответствует примерно 10 классу, покрытого супергидрофобным покрытием - 9 классу. Покрытия с пьезоэлектриком не меняют класс шероховатости поверхности ротора и соответствуют 10 классу.

Оценка снижения механических потерь от трения поверхности ротора о воздух проведена экспериментальным методом, на испытательном стенде модельного мини-турбогенератора в диапазоне линейных скоростей на его поверхности ротора 34-51 м/с. Степень снижения потерь при применении супергидрофобного покрытия составляет 7,5-17,5%.

Таким образом, мы можем предположить, что особая архитектура поверхности влияет на антифрикционные свойства, и способна уменьшать механические потери от трения о воздух.

Покрытия, основанные на использовании пиро- и пьезоэффекта (модифицирующая добавка - титанат бария), дают снижение потерь на 11-14%. Это свидетельствует о влиянии пьезоэлектрических свойств на снижение механических потерь от трения о воздух.

Нанесение на поверхность ротора специально разработанных нанокompозитных антифрикционных покрытий позволит повысить КПД современных высокооборотных генераторов с постоянными магнитами на роторе.

*Работа выполнена при поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы Мероприятие 1.2.2. Соглашение № 8198 от 06.08.2012г. и гранта РФФИ (проект 11-08-00287-а).*

## ЦЕМЕНТНАЯ СИСТЕМА БИОПОЛИМЕР – ФОСФАТЫ КАЛЬЦИЯ ДЛЯ ЗАПОЛНЕНИЯ КОСТНЫХ ДЕФЕКТОВ

Тетерина А.Ю., Федотов А.Ю., Комлев В.С., Баринов С.М.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва  
kinskusha@mail.ru*

Лечение заболеваний костных тканей, особенно злокачественных опухолей, часто связано с хирургическим вмешательством, приводящим к обширным послеоперационным дефектам. Проблемой является восстановление нарушенных функций отдельных органов, частей скелета всего опорно-двигательного аппарата. Для решения этой проблемы широко применяются биологически активные материалы на основе фосфатов кальция.

Для кальций фосфатных цементов (КФЦ) характерен ряд недостатков. К ним в первую очередь относятся низкая прочность и высокая хрупкость, а также высокая скорость растворения на начальных стадиях процесса схватывания, вследствие формирования нестабильных фаз. Все это ограничивает возможности их клинического применения, особенно для пластики дефектов в местах с кровотечением, циркуляцией тканевых жидкостей, а также для заполнения дефектов, несущих механические нагрузки. Для преодоления указанных недостатков проводятся исследования композиционных цементов в системе полимер - фосфаты кальция.

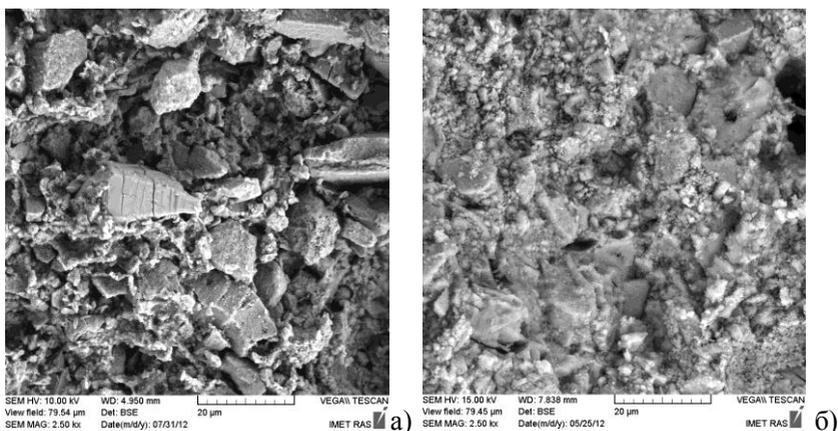


Рис. 1. СЭМ изображения композиционных цементов на 14 сутки:  
а - твердение на воздухе, б - . твердение в SBF.

В данной системе полимерная составляющая образует каркас, придающий цементу пластические свойства (деформируемость), а кальций фосфатная фаза придает прочность и биологическую активность материалу.

Разработаны основы технологии новых цементных материалов в системе хитозан/аморфный фосфат кальция – тетракальциевый фосфат (АФК-ТТКФ), предназначенных для заполнения дефектов костных тканей и обладающих повышенной деформируемостью по сравнению с известными аналогами. Полученные материалы обладают необходимой прочностью в сочетании с пластичностью (прочность достигает 7 МПа, деформация - 7,7% на 7-е сутки выдержки на воздухе). Время начального и окончательного схватывания данных цементов можно варьировать в широких пределах от 15 мин., и до 35 мин. рН цементных систем находится в нейтральной и слегка щелочной области (от 7, 4 до 7,9), что позитивно влияет на прорастание клеток внутрь цемента.

*Работа поддержана грантом РФФИ № 12-03-00079-а.*

## **СРАВНЕНИЕ СВОЙСТВ ТЕРМИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ОКТАКАЛЬЦИЕВОГО ФОСФАТА И БРУШИТА И ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ В КАЧЕСТВЕ ПРЕКУРСОРОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БИОКЕРАМИКИ**

Тихонов А.А.

*МГУ им. М.В. Ломоносова, Факультет наук о материалах, Москва  
andytikhon94@gmail.com*

Повреждения и заболевания костных тканей занимают одно из первых мест среди причин смертности, временной нетрудоспособности и развития инвалидности. Для восстановления функции костных тканей и соответствующих органов необходимо использовать имплантаты из различных материалов.

Существует несколько способов приготовления керамических материалов на основе трехкальциевого фосфата  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (ТКФ) и пирофосфата кальция  $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$  (ПФК). Был рассмотрен способ получения композиционного керамического материала, содержащего ПФК и ТКФ, на основе порошковой смеси, состоящей из ГА  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  и брушита  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . В основе другого способа синтеза биокерамики ПФК/ТКФ лежит идея получения гомогенного прекурсора, который при спекании будет давать целевые фазы. В качестве такого прекурсора предложено использовать октакальциевый фосфат  $\text{Ca}_8(\text{HPO}_4)_2(\text{PO}_4)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (ОКФ), мольное соотношение Ca/P которого составляет 1,33. Кристаллическая структура ОКФ представляет собой совокупность

чередующихся слоев, аналогичных по структуре ГА или аморфному фосфату кальция  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (АФК) и бруситу  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Оба описанных выше соединения (брусит и ОКФ) относятся к гидратированным фосфатам кальция – соединениям, содержащим в своей структуре кристаллизационную воду, которая существенно затрудняет их использование в качестве порошковых материалов для спекания. Однако при соответствующей обработке данных фосфатов кальция (дегидратация под действием температуры) их можно использовать для синтеза керамических материалов.

Нами были синтезированы порошки брусита и ОКФ, был изучен состав продуктов их термоллиза в диапазоне температур от  $100^\circ\text{C}$  до  $700^\circ\text{C}$ . Наиболее однофазным и пригодным для дальнейшего спекания оказался продукт термоллиза ОКФ при  $450^\circ\text{C}$ . Анализ продуктов термического разложения брусита выявил необходимую нам фазу при температурах порядка  $600^\circ\text{C}$ . В дальнейшем планируется провести изучение свойств (механических, биологических) продуктов термоллиза ОКФ при различных температурах, исследовать возможность интеркалирования карбоксилат-ионов в структуру ОКФ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты, 11-03-12179-офи-м-2011, 12-03-01025, 12-08-00681. Работа выполнена с использованием оборудования, приобретенного за счет средств Программы развития Московского университета.*

## **АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫЕ РЕЗОРБИРУЕМЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ АЛЬГИНАТА ДЛЯ РЕГЕНЕРАЦИИ КОЖНОГО ПОКРОВА**

Цванг Ф.М., Федотов А.Ю., Тетерина А.Ю., Комлев В.С., Баринов С.М.  
*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, fedorc@mail.ru*

Ожоги - один из широко распространенных видов поражений тканей. В США почти 2 миллиона человек получают ожоги ежегодно, приблизительно 100000 пациентов по своей тяжести требуют госпитализации и приблизительно 5000 случаев заканчиваются летальным исходом (D.N. Herndon, M. Spies, 2001). В России в 1997 г. ожоги были зарегистрированы у 507,6 тысяч человек (В.В. Азолов с соавт., 1999). Раневая инфекция является одним из ведущих факторов, определяющих патогенез не только ожоговых ран, но и ожоговой болезни в целом. Ожоговая болезнь остается одной из основных причин развития осложнений и летальных исходов у таких пациентов.

Создание материалов для ожоговой медицины является одной из задач современного материаловедения. К покрытиям, предназначенным для

восстановления кожного покрова после ожогов, предъявляются следующие требования: они должны обеспечивать создание оптимальной микросреды для заживления ран; высокая абсорбиционная способность в отношении раневого экссудата; антибактериальная активность; достаточная проницаемость для газов и жидкостей; эластичность; высокая прочность на растяжение; отсутствие токсического и раздражающего действия; возможность быть носителем лекарственных веществ (в том числе и анестетиков); устойчивость к стерилизации; удобство применения для медицинского персонала и больного; способность препятствовать развитию раневой инфекции.

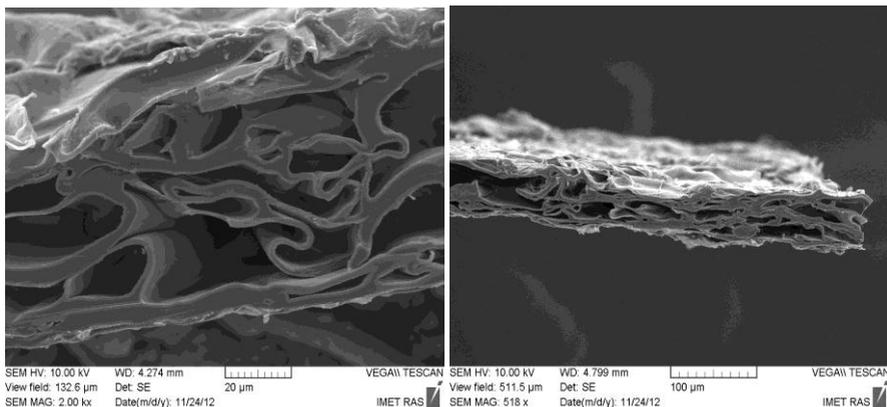


Рис. 1. Структура покрытий на основе альгината, сшитых ионами кальция и магния.

В данном исследовании разработаны раневые покрытия на основе альгината сшитые двухвалентными ионами металлов ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ). Установлены условия формирования микроструктуры полимерного каркаса в процессе вспенивания, сублимационной сушки и сшивания ионами металлов в зависимости от соотношения компонентов системы и условий проведения процесса. Исследованы зависимости формирования микроструктуры от различных температур фиксации. Установлено влияние фосфатов кальция на микроструктуру, антибактериальную устойчивость и прочность исследуемых покрытий. Антибактериальным эффектом обладают в большей степени ионы меди и серебра. Получены материалы с пористостью до 80 % и прочностью до 2 мПа (рис.1).

*Работа поддержана грантом РФФИ № 12-03-31720 мол\_а*

---

***ТЕЗИСЫ ДЛЯ КРУГЛОГО СТОЛА***

---

**О МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКОМ НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНОМ  
КОНСОРЦИУМЕ НАЦИОНАЛЬНОЙ  
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СЕТИ**

Анашина О.Д.<sup>1</sup>, Горынин И.В.<sup>2</sup>, Иванов В.Б.<sup>3</sup>, Каблов Е.Н.<sup>4</sup>, Калинин Б.А.<sup>5,6</sup>,  
Каргин Н.И.<sup>5</sup>, Кондаков В.В.<sup>1</sup>, Кузнецов П.А.<sup>2</sup>, Луценко А.Н.<sup>4</sup>,  
Парфенов А.А.<sup>3</sup>, Петрунин В.Ф.<sup>5</sup>, Савченко А.Г.<sup>7</sup>, Стриханов М.Н.<sup>5</sup>,  
Тузов Ю.В.<sup>3</sup>, Филонов М.Р.<sup>7</sup>, Шмаков А.А.<sup>5</sup>, Ягодкин Ю.Д.<sup>7</sup>

<sup>1</sup>Министерство образования и науки Российской Федерации, Москва

<sup>2</sup>Центральный НИИ конструктивных материалов «Прометей»,  
Санкт-Петербург

<sup>3</sup>Высокотехнологический НИИ неорганических материалов им. академика  
А.А. Бочвара, Москва

<sup>4</sup>Всероссийский НИИ авиационных материалов, Москва

<sup>5</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва

<sup>6</sup>Межрегиональное научно-техническое общество материаловедов, Москва

<sup>7</sup>НИТУ «МИСиС», Москва

В 2007 году началась реализация президентской инициативы «Стратегия развития nanoиндустрии» (Стратегия), а в 2008 году – Программы развития nanoиндустрии в Российской Федерации до 2015 года (Программа). Основная задача первого этапа Стратегии и Программы состояла в том, чтобы к 2012 году сформировать основу отечественной nanoиндустрии в виде национальной нанотехнологической сети (ННС).

Правительством Российской Федерации были утверждены девять тематических направлений деятельности ННС, пять из которых – «конструкционные наноматериалы», «функциональные наноматериалы и высокоочищенные вещества», «композитные наноматериалы», «функциональные наноматериалы для энергетики», «функциональные наноматериалы для космической техники» – непосредственно относятся к материаловедческим направлениям.

С целью максимального содействия выполнению Стратегии и Программы в ноябре 2008 года образован Материаловедческий научно-образовательный консорциум ННС (Консорциум), в состав которого вошли ВИАМ, ЦНИИ КМ «Прометей», ОАО «ВНИИНМ», МИФИ, МИСиС и Межрегиональное научно-техническое общество материаловедов (МОМ).

Развитие материально-технической базы участников Консорциума осуществлялось в рамках Федеральной адресной инвестиционной программы и, главным образом, в рамках федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы». В результате на базе участников

Консорциума было создано 6 объектов инфраструктуры ННС – лабораторий, научно-технологических комплексов, научно-производственных участков и научно-образовательных центров. К завершению первого этапа Стратегии и Программы общая стоимость оборудования участников Консорциума для выполнения работ в сфере нанотехнологий составила более 3 млрд. рублей, а количество исследователей в сфере нанотехнологий достигло почти 1400 человек.

Участники Консорциума внесли значительный вклад в решение задач первого этапа Стратегии и Программы (2007-2011 годы). В частности, в 2011 году стоимость НИОКР, выполненных участниками Консорциума, составила более 30% от общей стоимости НИОКР, выполненных всеми участниками ННС, а объем продаж продукции nanoиндустрии участниками Консорциума составил почти 30% от объема продаж нанотехнологической продукции всеми участниками ННС. Начиная с 2008 года, результаты деятельности участников Консорциума являются неотъемлемыми и важными составляющими докладов Минобрнауки России в Правительство Российской Федерации по вопросам развития нанотехнологий и nanoиндустрии.

В настоящем докладе представлены объекты инфраструктуры ННС, находящиеся в ведении участников Консорциума, основные достигнутые результаты, а также обсуждаются перспективы и проблемы развития Консорциума на втором этапе Стратегии и Программы (2012-2015 годы).

**СОДЕРЖАНИЕ**

<b>ПЛЕНАРНЫЕ ДОКЛАДЫ .....</b>	<b>7</b>
<b>НАНОСТРУКТУРЫ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ</b>	
<i>Хохлов А.Р.</i> .....	8
<b>СИНТЕЗ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОПОРОШКОВ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ В ОРГАНИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ</b>	
<i>Дяхов Н.З., Юхин Ю.М., Тухтаев Р.К.</i> .....	8
<b>НОВЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В РАЗВИТИИ ОБЪЕМНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ</b>	
<i>Эстрин Ю.З.</i> .....	10
<b>ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И НАНОТЕХНОЛОГИИ ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНЫХ МЕМБРАННЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ГЛУБОКОЙ ОЧИСТКИ ВОДОРОДА</b>	
<i>Иевлев В.М., Солнцев К.А., Бурханов Г.С., Максименко А.А., Белоногов Е.К., Кущев С.Б., Донцов А.И., Рошан Н.Р., Чернявский А.В.</i> .....	10
<b>СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КВАЗИКРИСТАЛЛОВ НА ОСНОВЕ ЭЛЕМЕНТОВ IVB ГРУППЫ</b>	
<i>Ажажа В.М., Баздырева С.В., Дуб С.Н., Лавриненко С.Д., Малыхин С.В., Мерисов Б.А., Пугачев А.Т., Хаджай Г.Я.</i> .....	12
<b>ВАРИАБЕЛЬНОСТЬ НАНОСИСТЕМ: ЕЕ УЧЕТ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ</b>	
<i>Мелихов И.В., Божевольнов В.Е., Симонов Е.Ф.</i> .....	13
<b>ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СРЕД ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ СВЕТОВЫМИ ПОТОКАМИ</b>	
<i>Лукашин А.В., Елисеев А.А., Напольский К.С., Росляков И.В., Саполетова Н.А.</i> .....	15
<b>СЕКЦИЯ 1 ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ОСНОВЫ СИНТЕЗА НАНОПОРОШКОВ.....</b>	<b>17</b>
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
<b>ПОРОШКОВЫЕ ОБЪЕМНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ: СИНТЕЗ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ (Приглашенный доклад)</b>	
<i>Альмов М.И.</i> .....	18
<b>ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИТОВ W-Ni-Fe В ПЛАЗМЕННОМ РЕАКТОРЕ (Приглашенный доклад)</b>	
<i>Самохин А.В., Фадеев А.А., Алексеев Н.В., Цветков Ю.В.</i> .....	19
<b>ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ ОКСИДА И НИТРИДА ХРОМА</b>	
<i>Альмов М.И., Алексеев А.А., Тихомиров С.А., Трегубова И.В.</i> .....	21

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ НАНОЧАСТИЦ АЛЮМИНИЯ ФТОРСОДЕРЖАЩИМИ РЕАГЕНТАМИ В ПРОЦЕССЕ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ВЗРЫВА ПРОВОЛОКИ <i>БЕКЕТОВ И.В., ВАЛЬЦИФЕР В.А., САФРОНОВ А.П., МЕДВЕДЕВ А.И., БАГАЗЕЕВ А.В., ДЕМИНА Т.М., ЛЕБЕДЕВА Е.А., ТУТУБАЛИНА И.Л.</i> .....	22
ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ В УСЛОВИЯХ МОДИФИЦИРОВАННОГО ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗА И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ ZnO и Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>ВОХМИНЦЕВ К.В., ТРУСОВА Е.А.</i> .....	23
ХИМИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ ПОРОШКА РАЗРУШЕННОГО РАЗРЫВОМ СКРЫТОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГРАФИТА <i>ДМИТРИЕВ А.В., БАШАРИН И.А., БОЧАРНИКОВ В.А.</i> .....	25
ОСОБЕННОСТИ СВОЙСТВ НАНОРАЗМЕРНЫХ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ <i>ЗАХАРОВ Ю.А., ПУГАЧЕВ В.М.</i> .....	26
БИМЕТАЛИЧЕСКИЕ НАНОЧАСТИЦЫ Al/Fe - НОВЫЕ ПРЕКУРСОРЫ ДЛЯ СИНТЕЗА ОБЪЕМНЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ <i>ЛЕРНЕР М.И., БАКИНА О.В., ГЛАЗКОВА Е.А., СВАРОВСКАЯ Н.В., ХОРОБРАЯ Е.Г., ЛОЖКОМОЕВ А.С., ТИМОФЕЕВ С.С.</i> .....	28
СИНТЕЗ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ПИЛЛАРИРОВАННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ АКТИВИРОВАННОЙ ИНТЕРКАЛЯЦИЕЙ ПОЛИГИДРОКСОКОМПЛЕКСОВ АЛЮМИНИЯ <i>ОВЧИННИКОВ Н.Л., НУРАЛЫЕВ Б., БУТМАН М.Ф.</i> .....	30
КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ МОДИФИКАЦИИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ПОРОШКАХ ПОЛУЧЕННЫХ ОКИСЛЕНИЕМ АЛЮМИНИЯ В ПЛАЗМЕ <i>ШАМРАЙ В.Ф., ВАСИЛЬЕВ С.А., САМОХИН А.В., СИРОТИНКИН В.П., ХАРЬКОВА М.А.</i> .....	31
ИССЛЕДОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ И ХИМИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ НАНОЧАСТИЦ Pd ОСАЖДЕННЫХ НА УГЛЕРОДНЫЕ ВОЛОКНА МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЯХ <i>ШАТОХИН А.Н., ПУТИЛИН Ф.Н., МАСЛАКОВ К.И., ЕГОРОВ А.В., САВИЛОВ С.В.</i> .....	33
АКТИВАЦИЯ ДИСПЕРСНОГО АЛЮМИНИЯ ЗА СЧЕТ МОДИФИЦИРОВАНИЯ БАРЬЕРНОГО СЛОЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ЧАСТИЦ <i>ШЕВЧЕНКО В.Г., КРАСИЛЬНИКОВ В.Н., КОНОЮКОВА А.В., ЕСЕЛЕВИЧ Д.А.</i> .....	34
СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНОПОРОШКОВ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА СО СТРУКТУРОЙ ШПИНЕЛИ <i>САЛИХОВ С.В., САВЧЕНКО А.Г., ЮРТОВ Е.В., МУРАДОВА А.Г., ЯГОДКИН Ю.Д., ГРЕБЕННИКОВ И.С.</i> .....	35
СИНТЕЗ И ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРОШКОВ NaYF <sub>4</sub> :Yb:R (R-P3Э) <i>ЯСЫРКИНА Д.С., КУЗНЕЦОВ С.В., ФЕДОРОВ П.П., ВОРОНОВ В.В., ЕРМАКОВ Р.П., РЯБОВА А.В., ПОМИНОВА Д.В., БАРАНЧИКОВ А.Е., ИВАНОВ В.К., ОСИКО В.В.</i> .....	37

### УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ ГИДРОКСИАПАТИТА, ДОПИРОВАННОГО МЕТАЛАМИ <i>ДОМАШЕВСКАЯ Э.П., Голощапов Д.Л., Аль-Зубейди А.А., Логачев В.В., Юраков Ю.А.</i> .....	39
НАНОРАЗМЕРНЫЕ ПОРОШКИ СИСТЕМЫ Fe–Co–Ni: ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА <i>Захаров Ю.А., Пугачев В.М., Датиш К.А.</i> .....	40
ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРОВ И МОРФОЛОГИИ НАНОЧАСТИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ В ГАЗОРАЗРЯДНОМ ГЕНЕРАТОРЕ АЭРОЗОЛЕЙ <i>Ефимов А.А., Иванов В.В., Волков И.А., Лизунова А.А.</i> .....	41
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ КАРБИДОВ И ТВЕРДОСПЛАВНЫХ СМЕСЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ <i>Исаева Н.В., Благовещенский Ю.В., Благовещенская Н.В., Мельник Ю.И., Самохин А.В., Алексеев Н.В., Асташов А.Г.</i> .....	43
ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ КОБАЛЬТА, НИКЕЛЯ, МОЛИБДЕНА И ВОЛЬФРАМА МОДИФИЦИРОВАННЫМ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ <i>Трусова Е.А., Коцарева К.В.</i> .....	44
ФОРМИРОВАНИЕ НАНОЧАСТИЦ ПРИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ВЗРЫВЕ ПРОВОДНИКОВ <i>Первиков А.В., Лернер М.И.</i> .....	46
ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУР ПРИ РАСПЫЛЕНИИ МЕТАЛЛОВ ВЫСОКОЧАСТОТНЫМИ И ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ РАЗРЯДАМИ <i>Провоторов П.В., Классен Н.В.</i> .....	47
ОСОБЕННОСТИ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ПЛАЗМЕННОМ РЕАКТОРЕ С ОГРАНИЧЕННЫМ СТРУЙНЫМ ТЕЧЕНИЕМ <i>Синайский М.А., Самохин А.В., Алексеев Н.В., Цветков Ю.В., Пахило-Дарьял И.О., Литвинова И.С.</i> .....	49
<b>СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА ДЛЯ ПРОЗРАЧНОЙ КЕРАМИКИ <i>Аксенов Д.И., Трушкова Т.Н., Файков П.П., Жариков Е.В., Провоторов М.В.</i> .....	51
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ПОЛЕВЫЕ ЭМИТТЕРЫ НА ОСНОВЕ СТЕРЖНЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ZnO <i>Артемов В.В., Лавриков А.С., Грецкая И.Ю.</i> .....	52
СТАНДАРТНАЯ ЭНТАЛЬПИЯ ОБРАЗОВАНИЯ НАНОЧАСТИЦЫ Pb <sub>2</sub> Bi <sub>7</sub> Sn <sub>4</sub> <i>Овчинникова И.В., Барбин Н.М.</i> .....	54

ОБРАЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ПРИ ЭРОЗИИ ЭЛЕКТРОДОВ В СИЛЬНОТОЧНОМ ИМПУЛЬСНОМ РАЗРЯДЕ <i>Баркалов Е.Е., Койдан В.С., Казеев М.Н., Козлов В.Ф., Толстов Ю.С.</i> .....	55
ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НАНОПОРОШКА $Y_2O_3:Eu$ ИНТЕЗИРОВАННОГО ИСПАРЕНИЕМ В ЛУЧЕ ВОЛОКОННОГО ИТТЕРБИЕВОВОГО ЛАЗЕРА <i>Саматов О.М., Бекетов И.В., Медведев А.И., Тимошенкова О.Р., Мурзакаев А.М., Демина Т.М.</i> .....	56
ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОЗОЛЯ ЦИРКОНАТА ЛАНТАНА, ПОЛУЧЕНИЕ LZO ПОРОШКОВ <i>Бовина Е.А., Клочихина А.В., Котина Г.В., Лукашев Р.В., Соержинова М.М., Тарасова Д.В., Чибирова Ф.Х.</i> .....	57
СРАВНЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ $Sr_2FeMoO_6$ , ПОЛУЧЕННЫХ ТВЕРДОФАЗНЫМ И ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДАМИ <i>Трусова Е.А., Каланда Н.А., Вохминцев К.В., Петров А.В., Ковалев Л.В.</i> .....	59
ЕСТЬ ЛИ СПИН-ПАЙЕРЛСОВСКИЙ ЭФФЕКТ В НАНО? <i>Григорьева А.В., Барулин А.В., Гильманов М.И., Семенов А.В., Демисhev С.В.</i> .....	60
АКТИВАЦИЯ НАНОЧАСТИЦ СИЛИКАТ-ГИДРАТА КАЛЬЦИЯ В ПРОЦЕССЕ ГИДРАТАЦИИ ПОРТЛАНДЦЕМЕНТА ПО ДАННЫМ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ <i>Гурьянов А.М., Лебедев В.М., Лебедев В.Т.</i> .....	61
СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НИЗКОРАЗМЕРНОГО ТРИВАНДАТА АММОНИЯ <i>Захарова Г.С., Куриленко А.С.</i> .....	63
РАЗРАБОТКА ПРОТОТИПА ТЕХНОЛОГИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА МИКРОННЫХ ПОРОШКОВ НИТРИДОВ СИСТЕМЫ Fe-N <i>Ковалев Е.П., Алымов М.И., Анкудинов А.Б., Гнедовец А.Г., Зеленский В.А.</i> .....	65
РЕГУЛИРОВАНИЕ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ ПРИ СИНТЕЗЕ В ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКАХ <i>Колесников А.В.</i> .....	67
3D МОДЕЛИРОВАНИЕ ТРАНСПОРТА ЭНЕРГИИ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВЫХ СРЕДАХ С МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ЧАСТИЦАМИ <i>Костенков С.Н., Харанжевский Е.В.</i> .....	67
ФРАКТАЛЬНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ СУПЕРКЛАСТЕРОВ GaSb, ПОЛУЧЕННЫХ НЕРАВНОВЕСНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ ИЗ РАСПЛАВА <i>Битюцкая Л.А., Куцельк Т.В.</i> .....	69
ОБ УПРУГИХ СВОЙСТВАХ НАНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА, Si И Ge <i>Магомедов М.Н.</i> .....	70
ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ЭКСПЕРИМЕНТА НА РАЗМЕР НАНОЧАСТИЦ АМОРФНОГО КРЕМНЕЗЕМА <i>Даудова А.Л., Межидов В.Х., Абдуллаев А.М., Эльмурзаев М.Б.</i> .....	72

ВЛИЯНИЕ МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШИХТЫ НА МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВОГО МАГНИТОТВЁРДОГО СПЛАВА 22Х15К <i>Альмов М.И., Миляев И.М., Зеленский В.А., Юсупов В.С., Анкудинов А.Б., Миляев А.И.</i> .....	73
ЗАКОНОМЕРНОСТИ СИНТЕЗА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> МЕТОДОМ СООСАЖДЕНИЯ <i>Попов В.В., Петрунин В.Ф., Коровин С.А.</i> .....	75
МОДЕЛИРОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОКЛАСТЕРОВ СИЛИЦИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ <i>Битюцкая Л.А., Глушков Г.И., Попов С.В., Тучин А.В.</i> .....	76
СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ НИКЕЛЬ-МЕДЬ <i>Пугачев В.М., Захаров Ю.А., Васильева О.В., Додонов В.Г., Просвирин И.П., Карпушкина Ю.В.</i> .....	78
СИНТЕЗ ГИДРОЗОЛЕЙ ДИОКСИДА ТИТАНА УЛЬТРАЗВУКОВЫМ МЕТОДОМ <i>Содержинова М.М., Тарасова Д.В., Чибирова Ф.Х.</i> .....	79
ГИДРОФИЛИЗАЦИЯ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК СЕЛЕНИДА КАДМИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ КОЛЛОИДНЫМ МЕТОДОМ <i>Спирин М.Г., Бричкин С.Б., Гак В.Ю.</i> .....	81
РАСЧЕТ СТРУКТУРЫ КЛАСТЕРОВ АЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ ФУНКЦИОНАЛА ПЛОТНОСТИ <i>Сулейменов Т., Бектурганов Н.С., Ниязова Р.С., Сантеева С.А.</i> .....	82
СТРОЕНИЕ И СВОЙСТВА ГЕТЕРОСТРУКТУРНЫХ НАНОПОРОШКОВ ПОЛИТИТАНАТА КАЛИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ СОЛЕЙ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ <i>Третьяченко Е.В., Гороховский А.В., Гоффман В.Г., Косарев А.В., Юрков Г.Ю.</i> .....	84
ВЛИЯНИЕ ДЛИНЫ ЗАКРЫТОЙ ОДНОСТЕННОЙ УГЛЕРОДНОЙ НАНОТРУБКИ (5,5) НА ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ ЗАЗОР МЕЖДУ НИЗШЕЙ СВОБОДНОЙ И ВЫСШЕЙ ЗАНЯТОЙ МОЛЕКУЛЯРНЫМИ ОРБИТАЛЯМИ <i>Тучин А.В., Битюцкая Л.А., Бормонтов Е.Н.</i> .....	85
ВАКАНСИОННАЯ ПРИРОДА ЛОКАЛИЗОВАННЫХ СОСТОЯНИЙ В ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЕ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ SnO <sub>2</sub> , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГАЗОТРАНСПОРТНОГО СИНТЕЗА <i>Чувенкова О.А., Домашевская Э.П., Рязцев С.В., Юраков Ю.А., Попов А.Е., Высоцкий Д.В., Овсянников Р., Турищев С.Ю.</i> .....	87
ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА СКОРОСТЬ ОКИСЛЕНИЯ МАССИВНОГО ОБРАЗЦА ЦИНКА СУБ- И СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ВОДОЙ И РОСТ НАНОЧАСТИЦ ZnO <i>Шишкин А.В., Дубов Д.Ю., Сокол М.Я., Федяева О.Н., Востриков А.А.</i> .....	89

**СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ**

СТРУКТУРНО-МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ НАНОПОРОШКОВ  
ИЗ СФЕР  $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$

БЕЗКРОВНЫЙ А.С., ЕРМОЛАЕВА Ю.В., ВОВК О.М., ТОЛМАЧЕВ А.В...... 91

МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОЧАСТИЦЫ ГЛИНЫ. СИЛИЦИУМИН –  
ПРИРОДНЫЙ БИОСОВМЕСТИМЫЙ ПОЛИМЕР

БУРЯЧЕНКО С.В., ПУЛЯЕВ С.А., МЕЛЬНИК В.В...... 92

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ НАНОЧАСТИЦ  $FeGa_2O_4$  МЕТОДОМ  
МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

ГЕРВИЦ Н.Е., ЛЮБУТИН И.С., ГИПШИНС А.А., CHUN-RONG LIN, КОРОТКОВ Н.Ю...... 94

ВЛИЯНИЕ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА НА ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
АНСАМБЛЕЙ КРЕМНИЕВЫХ НАНОНИТЕЙ

ГОНЧАР К.А., ОСМИНКИНА Л.А., ТИМОШЕНКО В.Ю...... 96

ВОССТАНОВЛЕНИЕ СМЕШАННЫХ ГИДРОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА И КОБАЛЬТА  
ПРИ РАЗНЫХ УСЛОВИЯХ ИХ ФОРМИРОВАНИЯ

ПУГАЧЕВ В.М., ЗАХАРОВ Ю.А., ЗЮЗЮКИНА Е.Н...... 97

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОПОРОШКОВ  $Y_{1-x}Zn_xFeO_3$  ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

КНУРОВА М.В., МИТТОВА И.Я., ДЕМИДОВА С.Ю., СОЛОДУХИН Д.О., МИТТОВА В.О..... 98

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СИЛАНОЛЬНЫХ ГРУПП ПОВЕРХНОСТИ  
МЕЗОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ С РАЗЛИЧНОЙ СТРУКТУРНОЙ  
ОРГАНИЗАЦИЕЙ СИЛИКАТНЫХ КАНАЛОВ

ЛЕБЕДЕВА И.И., КОНДРАШОВА Н.Б., САЕНКО Е.В., ТИУНОВА Т.Г., ВАЛЬЦИФЕР В.А... 100

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ  
НАНОЧАСТИЦ «СЕРЕБРО-ПЛАТИНА»

ТАСТЕКОВА Э.А., ГРИГОРЬЕВА А.В...... 101

**СЕКЦИЯ 2 НАНОСТРУКТУРНЫЕ ПЛЕНКИ И ПОКРЫТИЯ В**

**КОНСТРУКЦИОННЫХ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ** ..... 103

**УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ**

НАНОТЕКСТУРИРОВАННЫЕ СУПЕРГИДРОФОБНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА  
МЕТАЛЛАХ ДЛЯ БОРЬБЫ С АТМОСФЕРНЫМ ОБЛЕДЕНЕНИЕМ

(Приглашенный доклад)

Бойнович Л.Б...... 104

ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ И СВОЙСТВА ПЕРСПЕКТИВНЫХ  
ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ, ЖАРОСТОКИХ И БИОСОВМЕСТИМЫХ  
НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОКРЫТИЙ (Приглашенный доклад)

ЛЕВАШОВ Е.А., ШТАНСКИЙ Д.В., КИРЮХАНЦЕВ-КОРНЕЕВ Ф.В.,

ЗАМУЛАЕВА Е.И., КУДРЯШОВ А.Е...... 105

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОКРЫТИЙ ИЗ ТАНТАЛА И, ПРИМЫКАЮЩИХ К НИМ, ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НИКЕЛИДА ТИТАНА <i>Мейснер Л.Л., Гудимова Е.Ю., Остапенко М.Г., Лотков А.И.</i> .....	106
РОЛЬ КРИВИЗНЫ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕКСТУРЫ В ДОСТИЖЕНИИ СУПЕРГИДРОФОБНОГО СОСТОЯНИЯ <i>Емельяненко А.М., Бойнович Л.Б.</i> .....	108
ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ ЛАЗЕРНОМ СПЕКАНИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ <i>Кривилев М.Д., Харанжевский Е.В., Лебедев В.Г., Данилов Д.А., Данилова Е.В., Галенко П.К.</i> .....	109
ГАЗОФАЗНОЕ ОСАЖДЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК ДИОКСИДА ВАНАДИЯ <i>Макаревич А.М., Мальцева А.А., Короткевич А.А., Тухтаев Х.Б., Кауль А.Р.</i> .....	110
ФОРМИРОВАНИЕ ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ НАНО- И СУБМИКРОСТРУКТУР В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МОНО- И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВОВ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННО-ПУЧКОВЫХ И ПЛАЗМЕННЫХ ОБРАБОТОК <i>Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Мейснер С.Н., Твердохлебова А.В.</i> .....	112
ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ И МОДИФИКАЦИИ СТРУКТУРЫ В ЗОНАХ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДА ТИТАНА <i>Овчинников С.В., Кортаев А.Д., Пинжин Ю.П., Слабодчиков В.А.</i> .....	113
БЕЗИНДИЕВЫЕ ПРОЗРАЧНЫЕ ЭЛЕКТРОДЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ОЛОВА, ДОПИРОВАННОГО СУРЬМОЙ <i>Петухов И.А., Паршина Л.С., Зуев Д.А., Лотин А.А., Новодворский О.А., Путилин Ф.Н., Шатохин А.Н., Маслаков К.И., Румянцева М.Н., Гаськов А.М.</i> .....	115
ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ МОДИФИКАЦИИ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА, ВВОДИМЫХ В СОПОЛИМЕР АС НА АДГЕЗИЮ ПОКРЫТИЯ К АЛЮМИНИЕВОМУ СПЛАВУ <i>Страполова В.Н., Юртов Е.В., Киселева Л.В., Мурадова А.Г.</i> .....	116
ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАДИЕНТНЫХ СТРУКТУР В МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МОНО- И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА МЕТОДАМИ ДИФРАКЦИИ ОБРАТНОРАСSEЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ И РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ <i>Мейснер С.Н., Лотков А.И., Мейснер Л.Л., Твердохлебова А.В.</i> .....	118
ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРНОГО ГРАФИТНОГО ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО КОРТКОИМПУЛЬСНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКОЙ <i>Харанжевский Е.В., Решетников С.М., Ипатов А.Г.</i> .....	119

ВАКУУМНЫЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ АЛМАЗОПОДОБНЫЕ ПОКРЫТИЯ С  
ЛЕГИРОВАННОЙ НАНОКОМПОЗИТНОЙ СТРУКТУРОЙ И ИХ ПОВЕДЕНИЕ  
В УСЛОВИЯХ ТРЕНИЯ СКОЛЬЖЕНИЯ

Хрущов М.М., Марченко Е.А...... 121

**УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ**

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ОБРАЗОВАНИЯ СЛОЕВ НАНОПОРИСТОГО  
КРЕМНИЯ И ВЛИЯНИЕ НА НЕГО УСЛОВИЙ ТРАВЛЕНИЯ

Абрамова Е.Н., Хорт А.М., Яковенко А.Г...... 123

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА  
ОСНОВЕ АМОРФНОГО УГЛЕРОДА

Андреев А.В., Литовченко И.Ю., Коротаев А.Д., Борисов Д.П., Терехов П.А..... 124

НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ВАКУУМНО-  
ДУГОВЫХ ПОКРЫТИЙ TiN ВВЕДЕНИЕМ В ИХ СОСТАВ МЕДИ

Белов Д.С., Блинков И.В., Волхонский А.О...... 125

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ  
ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДАМИ  
МИКРОПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ И СВЕРХЗВУКОВОГО  
ГЕТЕРОФАЗНОГО ПЕРЕНОСА

Бобкова Т.И...... 126

НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ MoCN-Ag ТРИБОТЕХНИЧЕСКОГО  
НАЗНАЧЕНИЯ

Бондарев А.В., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Штанский Д.В...... 128

КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И ИЗМЕНЕНИЕ ТВЕРДОСТИ АМОРФНОГО СПЛАВА  
Fe<sub>78</sub>P<sub>20</sub>Si<sub>2</sub> ПРИ КРАТКОВРЕМЕННОЙ ФОТОННОЙ ОБРАБОТКЕ

Канныкин С.В., Боряк А.В., Ильинова Т.Н., Вавилова В.В...... 129

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ ПЛЕНОК НА ПРИМЕРЕ  
МАССИВОВ КАНТИЛЕВЕРОВ ИЗ АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Клименко А.А., Бойцова О.В., Лебедев В.А., Симонов В.Н., Матисон Н.А...... 131

СИНТЕЗ МНОГОСЛОЙНОГО ГРАФЕНА МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО  
ГАЗОФАЗНОГО ОСАЖДЕНИЯ НА МЕДИ

Костоград И.А., Смовж Д.В...... 132

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК НА ЦИРКОНИЕВЫХ  
СПЛАВАХ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ  
ДЕФОРМАЦИИ

Котенева М.В., Никулин С.А., Рожнов А.Б...... 134

СОЗДАНИЕ ПОКРЫТИЙ В СИСТЕМЕ Ti-Al-Si-C-N С ЗАДАННОЙ  
НАНОКОМПОЗИЦИОННОЙ СТРУКТУРОЙ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩЕЙ  
ВЫСОКУЮ ТВЕРДОСТЬ И ТЕРМИЧЕСКУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ

Купцов К.А., Кирюханцев-Корнеев Ф.В., Швейко А.Н., Штанский Д.В.,  
Левашов Е.А...... 135

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЁНОК СЕЛЕНИДОВ  
МЕТАЛЛОВ

*Малий Л.В., Мокроусов Г.М.* ..... 136

ЭЛЕКТРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ДИСПЕРСИОННО-  
ТВЕРДЕЮЩИХ КЕРАМИК Ti-Zr-C и Ti-Nb-C И ЭЛЕКТРОИСКРОВЫЕ  
ПОКРЫТИЯ ИЗ НИХ

*Манакова О.С., Левашов Е.А., Курбаткина В.В.* ..... 137

ЭПИТАКСИАЛЬНЫЙ РОСТ ПЛЕНОК ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ NiAl и Ni<sub>3</sub>Al  
(МОЛЕКУЛЯРНАЯ ДИНАМИКА)

*Прижимов А.С.* ..... 139

ПОЛУЧЕНИЕ НАНО - И МИКРОРАЗМЕРНЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ АЛМАЗНЫХ  
ЧАСТИЦ И ПЛЕНОК С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЛИМЕРОВ -  
ПРЕДШЕСТВЕННИКОВ АЛМАЗНОЙ ФАЗЫ

*Седов В.С., Сизов А.И., Ральченко В.Г., Звукова Т.М., Хомич А.А.* ..... 140

ТОНКИЕ ПЛЕНКИ СО СТРУКТУРОЙ ПИРОХЛОРА: ПОЛУЧЕНИЕ ИЗ  
РАСТВОРОВ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ

*Харченко А.В., Иванов А.С., Панов Ю.М., Григорьев А.Н., Кауль А.Р.* ..... 142

**СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ**

ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ  
ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ TiNiCu, ПОЛУЧЕННЫХ  
ВЫСОКОСКОРОСТНЫМ ГАЗОПЛАМЕННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ

*Русинов П.О., Балаев Э.Ю., Бледнова Ж.М.* ..... 144

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК Ag-Cu

*Босых М.А., Куцев С.Б., Антонова М.А., Канныкин С.В.,  
Солдатенко С.А., Лукин О.А.* ..... 146

ОСОБЕННОСТИ ТЕРМООКСИДИРОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР  
V<sub>x</sub>O<sub>y</sub>/InP, СФОРМИРОВАННЫХ МЯГКИМ И ЖЁСТКИМ МЕТОДАМИ

*Бурцева Н.А., Сладкопепцев Б.В., Миттова И.Я., Томина Е.В.* ..... 147

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ГЕТЕРОСТРУКТУРЫ TiO<sub>2</sub>/TiSi<sub>2</sub>/Si

*Возгорьков А.М., Безрядин М.Н., Канныкин С.В., Куцев С.Б.* ..... 149

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ  
ZnSe/ZnS И CdSe/ZnSe

*Джафаров М.А.* ..... 150

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ  
МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Al-Cr-Si-Ti-Cu-N

*Дитенберг И.А., Березовская В.Р., Денисов К.И., Пинжин Ю.П.,  
Коротяев А.Д., Романов В.Я., Борисов Д.П., Тюменцев А.Н.* ..... 154

ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНИДОВ  
МЕДИ, РАСТУЩИХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ

*Колосов В.Ю., Селенских Я.А., Юровских А.С.* ..... 155

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НА ЭЛЕКТРОХРОМНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ОКСИДА ВОЛЬФРАМА <i>Давыдова Е. А., Комлев А. А., Комлев А. Е., Шаповалов В. И.</i> .....	157
ФОРМИРОВАНИЕ ЛЕГИРОВАННОГО ПАЛЛАДИЕМ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ И ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ <i>Мейснер Л. Л., Миронов Ю. П., Лотков А. И., Ротштейн В. П.</i> .....	159
РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ ОБЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОНАМИ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ ТИТАНАТА БАРИЯ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ МИКРО- И НАНОПОРОШКАМИ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ РАЗЛИЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ <i>Михайлов М. М., Утебеков Т. А., Юрьев С. А.</i> .....	160
ОСОБЕННОСТИ ЭПИТАКСИАЛЬНОГО РОСТА ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА НА НАНОРЕЛЬЕФНЫХ ПОДЛОЖКАХ ЛЕЙКОСАПФИРА <i>Каневский В. М., Бутащин А. В., Муслимов А. Э., Ракова Е. В., Власов В. П., Бабаев В. А.</i> .....	162
ФОРМИРОВАНИЕ НАНО- И СУБМИКРОСТРУКТУР В ПРИПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА В РЕЗУЛЬТАТЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ <i>Нейман А. А., Мейснер Л. Л., Семин В. О.</i> .....	164
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГРАДИЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Ti-Al-Si-N <i>Пинжин Ю. П., Коротяев А. Д., Овчинников С. В., Слабодчиков В. А.</i> .....	166
СТРУКТУРА НАНО- И СУБМИКРОМЕТРОВЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ <i>Остапенко М. Г., Мейснер Л. Л., Лотков А. И., Гудимова Е. Ю.</i> .....	167
ФОРМИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ОКСИДОВ ХРОМА В СТАЛИ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ ПОВЕРХНОСТИ КОРОТКИМИ ИМПУЛЬСАМИ <i>Харанжевский Е. В., Кривилев М. Д., Решетников С. М.</i> .....	168
ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НАНЕСЕННЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОЖНООКСИДНЫХ СИСТЕМ <i>Русских О. В., Остроушко А. А.</i> .....	170
ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ ОКТАВИНИЛСИЛЕСЕСКВИОКСАНА И ПОЛИВИНИЛСИЛЕСЕСКВИОКСАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТРУКТУРИРОВАННОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ <i>Тотов М. В., Карпова Е. И., Свистунова И. В., Шапкин Н. П.</i> .....	172
НОВЫЕ ПОЛИМЕРЫ - ПРЕДШЕСТВЕННИКИ АЛМАЗНОЙ ФАЗЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ АЛМАЗНЫХ ЧАСТИЦ И ПЛЕНОК <i>Сизов А. И., Звукова Т. М., Седов В. С., Ральченко В. Г., Хомич А. А.</i> .....	174
СТРУКТУРА И ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК НИОБАТА ЛИТИЯ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЧАСТОТНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ В АТМОСФЕРЕ Ag+O <sub>2</sub> <i>Сумец М. П., Костюченко А. В., Иевлев В. М.</i> .....	175

### СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ

ХАНАС И USXES ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ И АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ НАНОСЛОЕВ КРЕМНИЯ НА ПОДЛОЖКЕ ВЫСОКООРИЕНТИРОВАННОГО ПИРОЛИТИЧЕСКОГО ГРАФИТА (HOPG) <i>Турищев С.Ю., Анисимов А.В., Машин А.И., Ершов А.В., Нежданов А.В., Терехов В.А.</i> .....	177
МОДУЛЯЦИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ МУЛЬТИГРАФЕНА <i>Бокова А.М., Тучин А.В., Битюцкая Л.А.</i> .....	178
НАНЕСЕНИЕ АНТИФРИКЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ БАББИТОВЫХ СПЛАВОВ, АРМИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ <i>Гвоздев П.П., Коберник Н.В., Михеев Р.С.</i> .....	180
ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ ПОРИСИЫХ ПЛЕНОК АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ <i>Куратова Н.С., Росляков И.В., Напольский К.С.</i> .....	181
ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ОСАЖДЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК YSZ В КАЧЕСТВЕ БУФЕРНОГО СЛОЯ ДЛЯ ВТСП-ПРОВОДОВ 2-ГО ПОКОЛЕНИЯ <i>Лелюк Д.П.</i> .....	182
ФОРМИРОВАНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С РАЗЛИЧНЫМ РАЗМЕРОМ ПОР <i>Леньшин А.С., Середин П.В., Минаков Д.А., Ципенюк В.Н., Агапов Б.Л., Кашкаров В.М., Домашевская Э.П.</i> .....	184
ЗОННАЯ СТРУКТУРА ЗИГЗАГООБРАЗНЫХ ГРАФЕНОВЫХ НАНОЛЕНТ В МОДЕЛИ GGA-PBEsol <i>Нгуен В.Ч., Ершов И.В., Илясов В.В.</i> .....	185
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В КАЧЕСТВЕ УПРОЧНЯЮЩЕЙ ДОБАВКИ КОМПОЗИЦИОННОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ <i>Маслов А.Л., Полушин Н.И., Овчинникова М.С.</i> .....	187
ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ НАПЫЛЕНИЯ НА АНИЗОТРОПИЮ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПЛЕНОК $(\text{CoNbTa})_x(\text{SiO}_2)_{100-x}$ <i>Полубавкина Ю.С., Стогней О.В.</i> .....	188
ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК $\text{Nb}_2\text{O}_5$ МЕТОДОМ ИОННО-ЛУЧЕВОГО РАСПЫЛЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКОЙ МИШЕНИ <i>Семененко К.И., Каширин М.А., Стогней О.В.</i> .....	190
ПЛЕНКИ $\text{Fe}_{48-98}\text{Zr}_{2-34}\text{N}_{0-18}$ : МАГНЕТРОННОЕ НАПЫЛЕНИЕ, ФАЗОВО-СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА <i>Харин Е.В., Теджетов В.А., Труханов П.А., Шефтель Е.Н., Кирюханцев-Корнеев Ф.В.</i> .....	191

<b>СЕКЦИЯ 3 ОБЪЕМНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ</b> .....	<b>195</b>
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
НАНОМАТЕРИАЛЫ В ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ: НОВЫЕ ПОДХОДЫ И НЕРЕШЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ( <i>Приглашенный доклад</i> ) <i>АНДРИЕВСКИЙ Р.А.</i> .....	196
ОБРАЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ ( <i>Приглашенный доклад</i> ) <i>АБРОСИМОВА Г.Е., АРОНИН А.С.</i> .....	197
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ МЕТОДОМ ВИНТОВОЙ ЭКСТРУЗИИ ( <i>Приглашенный доклад</i> ) <i>ВАРЮХИН В.Н., БЕЙГЕЛЬЗИМЕР Я.Е.</i> .....	199
АМОРФНО – НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ( <i>Приглашенный доклад</i> ) <i>ГЛЕЗЕР А.М., СУНДЕЕВ Р.В., ШУРЫГИНА Н.А.</i> .....	200
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ <i>АРОНИН А.С., АБРОСИМОВА Г.Е., МАТВЕЕВ Д.В., ПЕРШИНА Е.А.</i> .....	201
ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССОВ ВОЗВРАТА НА СТРУКТУРУ И МАРТЕНСИТНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ TiNi ПОСЛЕ ИПД <i>БАТУРИН А.А., ГРИШКОВ В.Н., ЛОТКОВ А.И., КОПЫЛОВ В.И., ТИМКИН В.Н.</i> .....	202
ОСОБЕННОСТИ ВАКУУМНОГО СПЕКАНИЯ НАНОПОРОШКОВ КАРБИД ВОЛЬФРАМА-КОБАЛТ ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЫ <i>БЛАГОВЕЩЕНСКИЙ Ю.В., ИСАЕВА Н.В., МЕЛЬНИК Ю.И., БЛАГОВЕЩЕНСКАЯ Н.В., ЛЕВИНСКИЙ Ю.В., ВОЛЬДМАН Г.М.</i> .....	204
ОБЪЕМНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ МИКРО- И НАНОПОРОШКОВ НИТРИДОВ ЖЕЛЕЗА <i>АЛЬМОВ М.И., АНКУДИНОВ А.Б., ГНЕДОВЕЦ А.Г., ЗЕЛЕНСКИЙ В.А., КОВАЛЕВ Е.П.</i> ...	205
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НАНО-И СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕДНЫХ СПЛАВОВ ПОСЛЕ СДВИГА ПОД ДАВЛЕНИЕМ И СТАРЕНИЯ <i>ДОБАТКИН С.В., ГУБИЦА Й., ШАНЬГИНА Д.В., БОЧВАР Н.Р., СТРАУМАЛ П.Б., ТАБАЧКОВА Н.Ю., ДОДОНИ Е.</i> .....	207
МИКРОСТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА И ЦИРКОНИЯ ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>ЕРОШЕНКО А.Ю., ШАРКЕЕВ Ю.П., ТОЛМАЧЕВ А.И., ДАНИЛОВ В.И., УВАРКИН П.В.</i> ..	209
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ПЛАСТИЧНОСТЬ АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ (АММ) <i>ЗЕЛЕНСКИЙ В.А., ЗАБЕЛИН С.Ф.</i> .....	210
ДИНАМИЧЕСКОЕ КАНАЛЬНО-УГЛОВОЕ ПРЕССОВАНИЕ ТИТАНА И БРОНЗЫ <i>ЗЕЛЬДОВИЧ В.И., ШОРОХОВ Е.В., ХОМСКАЯ И.В., ФРОЛОВА Н.Ю., ХЕЙФЕЦ А.Э.</i> .....	212

ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ ПОРОШКОВОГО ЖЕЛЕЗА <i>Иванов С.А., Ниткин Н.М.</i> .....	213
ФОРМИРОВАНИЕ И ЭВОЛЮЦИЯ МУЛЬТИМОДАЛЬНОЙ ЗЁРЕННОЙ СТРУКТУРЫ НИКЕЛИДА ТИТАНА В ПРОЦЕССЕ ТЁПЛОЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ПРОКАТКИ <i>Лотков А.И., Коваль Ю.Н., Гришков В.Н., Батулин А.А., Фирстов Г.С., Кашин О.А., Гирсова Н.В., Круковский К.В., Тимкин В.Н., Жапова Д.Ю.</i> .....	215
ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ <i>Астафурова Е.Г., Майер Г.Г., Тукеева М.С., Мельников Е.В., Кретов Ю.Л., Кошовкина В.С., Найденкин Е.В., Рааб Г.И., Одесский П.Д., Добаткин С.В.</i> ....	216
ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ И ДИФфуЗИИ ПРИМЕСИ ПО ГРАНИЦАМ ЗЕРЕН НА ЭВОЛЮЦИЮ ЗЕРНОГРАНИЧНОГО АНСАМБЛЯ МОЛИБДЕНА В СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ СОСТОЯНИИ <i>Мишин И.П., Грабовецкая Г.П.</i> .....	218
НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ МЕТАЛЛОВ КРУЧЕНИЕМ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ В ЖИДКОМ АЗОТЕ <i>Попов В.В., Попова Е.Н., Пилюгин В.П., Кузнецов Д.Д., Стольбовский А.В.</i> .....	219
РАЗРАБОТКА И КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ <i>Пушин В.Г., Куранова Н.Н., Марченкова Е.Б., Пушин А.В., Уксусников А.Н.</i> .....	221
РОЛЬ ХАРАКТЕРА ДЕФОРМАЦИИ И МАСШТАБНОГО ФАКТОРА В МЕТОДАХ ИПД <i>Рааб Г.И.</i> .....	222
ЭФФЕКТЫ ПАМЯТИ ФОРМЫ В НАНОСТРУКТУРНОМ НИКЕЛИДЕ ТИТАНА <i>Рыклина Е.П.</i> .....	224
СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И НАКЛОНЕННАЯ БАЗИСНАЯ ТЕКСТУРА В МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ МА2-1пч ПОСЛЕ ДВУХЭТАПНОГО РКУП С ПРОМЕЖУТОЧНЫМ ОТЖИГОМ <i>Серебряный В.Н., Рааб Г.И., Копылов В.И., Табачкова Н.Ю., Пережогин В.Ю., Добаткин С.В.</i> .....	226
ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР МЕТОДАМИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ <i>Столяров В.В.</i> .....	227
КОНСОЛИДАЦИЯ МИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО SiC ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ <i>Урбанович В.С., Шатилина А.М., Андриевский Р.А., Шипило Н.В., Matovic B., Boskovic S., Bucevac D., Jaworska L., Klimczyk P., Судник Л.В., Маркова Л.В.</i> .....	229

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СВЕРХУПРУГОГО ТВЕРДОГО УГЛЕРОДА, ПОЛУЧЕННОГО ИЗ ФУЛЛЕРЕНОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ <i>ЧЕРНОГОРОВА О.П., Дроздова Е.И., Потапова И.Н., Екимов Е.А.</i> .....	230
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ</b>	
ИССЛЕДОВАНИЕ НАНО-ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПЕРОВСКИТОПОДОБНЫХ ОКСИДОВ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТОВ СТРОНЦИЯ, ИМЕЮЩИХ ВЫСОКИЙ ДЕФИЦИТ ПО КИСЛОРОДУ <i>Анчарова У.В., Черепанова С.В.</i> .....	232
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ И ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКА УСКОРЕНИЯ СПЕКАНИЯ НАНО- И УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ НАГРЕВЕ <i>Болдин М.С., Сахаров Н.В., Нохрин А.В., Чувильдеев В.Н.</i> .....	233
МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ Fe-Cr-(7-13)%Co <i>Вомпе Т.А.</i> .....	235
СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ДЕФОРМАЦИИ ГИДРОКСИАПАТИТОВОЙ КЕРАМИКИ <i>Иевлев В.М., Баринов С.М., Комлев В.С., Костюченко А.В., Кильмаматов А.Р., Добаткин С.В.</i> .....	236
ПОВЫШЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРНОГО СПЛАВА Ti-50,26 ат.%Ni ПУТЕМ ВКЛЮЧЕНИЯ В ЦИКЛ ТМО ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>Крейцберг А.Ю., Браиловский В., Прокошкин С.Д., Инаекян К., Коротыцкий А.В.</i> .....	238
МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СПЛАВОВ R-Fe(Co) С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ 3d-ПЕРЕХОДНОГО МЕТАЛЛА <i>Терешина И.С., Пелевин И.А., Терешина Е.А., Добаткин С.В., Бурханов Г.С.</i> ...	240
СХОДСТВА И РАЗЛИЧИЯ МЕХАНИЗМОВ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ В АМОРФНОМ СПЛАВЕ Al90Y10 В РЕЗУЛЬТАТЕ РАЗЛИЧНЫХ ОБРАБОТОК <i>Першина Е.А., Матвеев Д.В., Аронин А.С., Абросимова Г.Е.</i> .....	241
СВС КЕРАМИЧЕСКИХ КАТОДОВ В СИСТЕМЕ Cr-Al-Si-W ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ЖАРОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ <i>Потанин А.Ю., Погожев Ю.С., Левашов Е.А., Новиков А.В., Власова А.Ю., Кочетов Н.А., Ковалев Д.Ю.</i> .....	242
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ СДВИГОВОЙ ДЕФОРМАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАДИЕНТНЫХ СТРУКТУР В МАЛОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЯХ <i>Рааб А.Г., Чукин М.В., Алёшин Г.Н., Рааб Г.И.</i> .....	244

КОРРЕКТНОЕ ОПИСАНИЕ ТРЕХ-ЧАСТИЧНЫХ ВКЛАДОВ В МЕЖАТОМНЫЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА ПРИМЕРЕ НИОБИЯ <i>САВЕЛЬЕВ В.Н., Липницкий А.Г.</i> .....	245
ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВОЕ РАВНОВЕСИЕ СПЛАВА Cu-0,8% Ag <i>СТРАУМАЛ П.Б., Мазилкин А.А., Протасова С.Г., Кильмамметов А.Р., Курманаева Л., Косякова К.А., Добаткин С.В., СТРАУМАЛ Б.Б.</i> .....	246
ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИОННОЙ АМОРФИЗАЦИИ И ДЕФОРМАЦИОННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ПРИ КРУЧЕНИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА <i>СУНДЕЕВ Р.В., Шалимова А.В., ГЛЕЗЕР А.М.</i> .....	248
ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ МЕТОДОВ ИПД ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КАТАНКИ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ С ВЫСОКИМ КОМПЛЕКСОМ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ <i>РААБ Г.И., ФАХРЕТДИНОВА Э.И.</i> .....	249
ТЕПЛОВЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА $\gamma$ , ПОДВЕРГНУТОГО ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>ЧЖАН В.Б., Терёшина И.С., Политова Г.А., Терешина Е.А., Бурханов Г.С., Чистяков О.Д., Добаткин С.В.</i> .....	250
ОСОБЕННОСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ И СВОЙСТВА «ТОЛСТЫХ» АМОРФНЫХ ПЛАСТИЧНЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ Fe-Co МИКРОПРОВОДОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ УЛИТОВСКОГО-ТЕЙЛОРА <i>ЧУЕВА Т.Р., Заболотный В.Т., Умнов П.П., Умнова Н.В., Молоканов В.В.</i> .....	252
ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ СТРУКТУРЫ И ХАРАКТЕРИСТИК СВЕРХУПРУГОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ Ti-Nb-(Zr, Ta) <i>ШЕРЕМЕТЬЕВ В.А., Дубинский С.М., Браиловский В., Прокошкин С.Д., ИНАЕКЯН К.</i> .....	253
<b>СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
ОЦЕНКА РАБОТОСПОСОБНОСТИ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ОКСИДНЫХ АЭРОЗОЛЬНЫХ ПОРОШКОВ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМИРОВАНИЯ И РАЗРУШЕНИЯ КОНТАКТНЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПРИ ИЗНОСЕ <i>КОЛМАКОВ А.Г., Антипов В.И., Виноградов Л.В., Клименко С.А., Копейкина М.Ю., Баранов Е.Е., Лазарев Э.М.</i> .....	256
АТТЕСТАЦИЯ НАНО-ФЕРРОШПИНЕЛЕЙ, ПОЛУЧЕННЫХ РАДИАЦИОННО- ТЕРМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ <i>АНЧАРОВА У.В., Михайленко М.А., Толочко Б.П., Шарифутдинов М.Р., Штарклев Е.А., Власов А.Ю., Елисеев В.С., Купер К.Э., Максимовская В.В., Коробейников М.В.</i> .....	257

ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ $Al_{85}Ni_xFe_yLa_4$ <i>БАХТЕЕВА Н.Д., ТОДОРОВА Е.В.</i> .....	258
ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ КОНСТАНТЫ МАГНИТОСТРИКЦИИ АМОРФНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА <i>СЕМИРОВ А.В., БУКРЕЕВ Д.А., МОИСЕЕВ А.А., ДЕРЕВЯНКО М.С.</i> .....	260
ЗАРЯДОВЫЕ СОСТОЯНИЯ КАТИОНОВ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ОКСИДАХ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>МЕСИЛОВ В.В., ГАЛАХОВ В.Р., ГИЖЕВСКИЙ Б.А.</i> .....	261
МИКРОСТРУКТУРА САМОСПЕКАЮЩЕГОСЯ МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ КАМЕННОУГОЛЬНОГО ПЕКА, ОТВЕРЖДЕННОГО НА ПОВЕРХНОСТИ ЛИСТОЧКОВ ТРГ <i>ДМИТРИЕВ А.В.</i> .....	263
НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА НА ОСНОВЕ Ni-Mn-In <i>КАЛЕТИНА Ю.В., СЧАСТЛИВЦЕВ В.М., МАРЧЕНКОВ В.В., ФОКИНА Е.А., БЕЛОЗЕРОВА К.А.</i> .....	264
ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА КАК СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЗАГОТОВОК И ДЕТАЛЕЙ С ЭЛЕМЕНТАМИ СУБМИКРО- И НАНОСТРУКТУРЫ <i>Рудской А.И., КОДЖАСПИРОВ Г.Е.</i> .....	266
НАПОЛНИТЕЛЬ ЭЛЕКТРОРЕОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ НА ОСНОВЕ НАНОДИСПЕРСНОГО ДИОКСИДА ТИТАНА, ЛЕГИРОВАННОГО ОКСИДАМИ МЕТАЛЛОВ <i>МУРАШКЕВИЧ А.Н., АЛИСИЕНКО О.А., ЖАРСКИЙ И.М., КОРОБКО Е.В., ЖУРАВСКИЙ Н.А., НОВИКОВА З.А.</i> .....	267
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ: ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ <i>НОСКОВА Н.И., ВОЛКОВА Е.Г.</i> .....	268
УПРУГИЕ СВОЙСТВА АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe-P-Si, ПОЛУЧЕННОГО ПРИ ИМПУЛЬСНОЙ ФОТОННОЙ ОБРАБОТКЕ <i>ВАВИЛОВА В.В., КАНЫКИН С.В., ПАЛШИЙ Н.А.</i> .....	269
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УГЛЕРОДИСТОЙ НОВОЛОКИ ПОСЛЕ НЕПРЕРЫВНОГО МЕТОДА ДЕФОРМАЦИОННОГО НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ <i>ПОЛЯКОВА М.А., ГУЛИН А.Е., ЖЕРЕБЦОВ М.С.</i> .....	271
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 08X18N10T ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ И ЦИКЛИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ <i>РЫБАЛЬЧЕНКО О.В., ТЕРЕНТЬЕВ В.Ф., БЕЛЯКОВ А.Н., РААБ Г.И., ПРОСВИРНИН Д.В., СКРОТЦКИ В., ДОБАТКИН С.В.</i> .....	273

ИЗМЕНЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ПОЛИТИТАНАТА КАЛИЯ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ОБРАБОТКЕ, МОДИФИЦИРОВАННОГО ИОНАМИ НИКЕЛЯ <i>Саунина С.И., Ягафаров Ш.Ш., Третьяченко Е.В., Гороховский А.В.</i> .....	274
ИЗМЕНЕНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНОГО И УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА В ПРОЦЕССЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ <i>Тюменцев В.А., Фазлитдинова А.Г.</i> .....	276
ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ И УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ КАРБИДА БОРА ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА ЕГО МИКРОСТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА <i>Урбанович В.С., Шипило Н.В., Нечепуренко А.С., Гарипов О.Ф., Шатилина А.М., Матовиc В., Boskovic S.</i> .....	277
ФРИКЦИОННАЯ ОБРАБОТКА ПРУЖИННЫХ СТАЛЕЙ: НАНОСТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА <i>Бараз В.Р., Филиппов М.А., Федоренко О.А.</i> .....	279
СВОЙСТВА КЕРАМИК SiC, B <sub>4</sub> C, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАНОПОРОШКОВ <i>Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Хасанов А.О., Качаев А.А.</i> .....	280
<b>СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ</b>	
СТРУКТУРА ЭЛЕКТРООСАЖДЕННЫХ МЕДНЫХ НАНОПРОВОЛОК ПОСЛЕ ОТЖИГА В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР <i>Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Ке И., Онуки Д.</i> .....	282
СТРУКТУРА, ТЕКСТУРА И СВОЙСТВА МАГНИЕВОГО СПЛАВА Mg-0,3%Ca ПОСЛЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>Добаткин С.В., Рохлин Л.Л., Салищев Г.А., Копылов В.И., Серебряный В.Н., Степанов Н.С., Тарытина И.Е., Курошев И.С.</i> .....	284
ОБРАЗОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ ПРИ РАСПАДЕ ПЕРЕСЫЩЕННОГО ТВЕРДОГО РАСТВОРА В СПЛАВАХ Mg-Sm-Tb <i>Лукьянова Е.А., Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Королькова И.Г.</i> .....	286
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАГНИЕВОГО СПЛАВА Mg-5%Y-5%Gd-0,4%Zr ПОСЛЕ СДВИГА ПОД ДАВЛЕНИЕМ <i>Добаткин С.В., Рохлин Л.Л., Мурашкин М.Ю., Добаткина Т.В., Тарытина И.Е., Лукьянова Е.А.</i> .....	287
ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КРУЧЕНИЯ ПОД КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ 06МБФ <i>Майер Г.Г., Астафурова Е.Г., Кошовкина В.С., Тукеева М.С., Мельников Е.В., Кретов Ю.Л., Одесский П.Д., Добаткин С.В.</i> .....	288

ЗАКОНОМЕРНОСТИ СОБИРАТЕЛЬНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ТИТАНА <i>МАНОХИН С.С., ИВАНОВ М.Б., КОЛОБОВ Ю.Р., МОРОЗОВА А.И., ТКАЧЕВ Е.С. ....</i>	290
ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ТОНКИХ МЕДНЫХ ОБРАЗЦОВ В РЕЖИМЕ ОДНООСНОЙ НАГРУЗКИ И МИКРОФОРМОВКИ <i>МОЛОТНИКОВ А., ЛАПОВОК Р., ЭСТРИН Ю. ....</i>	292
ОСОБЕННОСТИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВА Fe-Ni-ВПРИ ПЕРЕХОДЕ ИЗ АМОРФНОГО В НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ <i>ГЛЕЗЕР А.М., ПЕРМЯКОВА И.Е., ШУРЬГИНА Н.А. ....</i>	293
СТРУКТУРНЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНОЙ СИСТЕМЫ FeCo <i>ЗАХАРОВ Ю.А., ПУГАЧЕВ В.М., ПОПОВА А.Н., РОСТОВЦЕВ Г.А., БОГОМЯКОВ А.С. ....</i>	295
КИНЕТИКА ЗАТУХАНИЯ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ НАНОСТРУКТУРНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ ПРИ ВУФ ВОЗБУЖДЕНИИ <i>СПИРИДОНОВА Т.В., КОРТОВ В.С., ЗВОНАРЕВ С.В. ....</i>	297
ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ Fe-Mn-(Al)-C <i>ТУКЕЕВА М.С., МЕЛЬНИКОВ Е.В., МАЙЕР Г.Г., КРЕТОВ Ю.Л., КОШОВКИНА В.С., АСТАФУРОВА Е.Г. ....</i>	299
СТРУКТУРА, ТЕКСТУРА И СВОЙСТВА МЕДНЫХ СПЛАВОВ, ЛЕГИРОВАННЫХ ХРОМОМ И ГАФНИЕМ, ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ <i>ШАНЬГИНА Д.В., МАКСИМЕНКОВА Ю.М., БОЧВАР Н.Р., РААБ Г.И., ТАБАЧКОВА Н.Ю., ВИНОГРАДОВ А.Ю., СКРОТЦКИ В., ДОБАТКИН С.В. ....</i>	300
<b>СЕКЦИЯ 4 НАНОКОМПОЗИТЫ .....</b>	<b>303</b>
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
МЕХАНОСИНТЕЗИРОВАННЫЕ ТРОЙНЫЕ СИСТЕМЫ Cu-Cr(Fe)-ГРАФИТ (КСИЛОЛ) В КАЧЕСТВЕ ПРЕКУРСОРОВ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ОБЪЕМНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ Cu-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> (Fe <sub>3</sub> C) (Приглашенный доклад) <i>ЕРЁМИНА М.А., ЛОМАЕВА С.Ф., ЕЛСУКОВ Е.П., БОДРОВА Л.Е., ПАСТУХОВ Э.А., Гойда Э.Ю. ....</i>	304
ЕСТЕСТВЕННЫЕ И ИСКУССТВЕННЫЕ КОМПОЗИТЫ – НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ ЖАРОПРОЧНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ (Приглашенный доклад) <i>КАРПОВ М.И. ....</i>	306
УПРУГО-ПЛАСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ДВУХ- И МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ <i>АНТОНОВА М.С., БОСЫХ М.А., ЕРМОЛАЕВА А.А., КОСТЮЧЕНКО А.В. ....</i>	307

ПОЛУЧЕНИЕ И МОДИФИКАЦИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ЭЛЕКТРОКАТАЛИТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА УГЛЕРОДНЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДОМ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ПЛАТИНОВЫХ МЕТАЛЛОВ <i>ГРИГОРЬЕВ С.А., ФЕДОТОВ А.А., ФАТЕЕВ В.Н.</i> .....	308
НАНОРАЗМЕРНОЕ СИЛИКАТНОЕ СВЯЗУЮЩЕЕ ДЛЯ КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ <i>ЕМЕЛЬЯНОВА О.Н., КУДРЯВЦЕВА Е.П., БОЛЬШАКОВА А.Н.</i> .....	309
СВОЙСТВА УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ УПРОЧНЕННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫМИ УГЛЕРОДНЫМИ ВОЛОКНАМИ <i>КОСТИКОВ В.И., ЕРЕМЕЕВА Ж.В., СЛЮТА Д.А., ШАРИПЗЯНОВА Г.Х.</i> .....	311
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ КОМПОЗИТОВ МЕТОДОМ ОДНООСНОГО МАГНИТНО-ИМПУЛЬСНОГО ПРЕССОВАНИЯ <i>ЗАЯЦ С.В., ИВАНОВ В.В.</i> .....	312
СИНТЕЗ, МАГНИТНЫЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТОВ С ЗАДАННЫМ СООТНОШЕНИЕМ ФАЗ ГЕМАТИТ-МАГНЕТИТ, ЭФФЕКТЫ ПОВЕРХНОСТИ <i>ЛЮБУТИН И.С., СТАРЧИКОВ С.С., ДУБИНСКАЯ Ю.Л., LIN C.R.</i> .....	314
ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ НАНОПОРОШКОВ КАРБИДА ВОЛЬФРАМА И КОМПОЗИЦИЙ WC-Co <i>ЧУВИЛЬДЕЕВ В.Н., БЛАГОВЕЩЕНСКИЙ Ю.В., БОЛДИН М.С., САХАРОВ Н.В., НОХРИН А.В., ИСАЕВА Н.В., МОСКВИЧЕВА А.В., ШОТИН С.В., ЛОПАТИН Ю.Г., КОТКОВ Д.Н., ПИСКЛОВ А.В., СМЕРНОВА Е.С.</i> .....	315
СИНТЕЗ И СВОЙСТВА МАГНИТНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ КРЕМНИЯ И ЖЕЛЕЗА <i>ПАНАСЕНКО А.Е., ЗЕМНУХОВА Л.А.</i> .....	316
РЕАКЦИОННЫЕ ЭКЗОТЕРМИЧЕСКИЕ ВОЛНЫ В СЛОИСТЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ МАТЕРИАЛАХ <i>РОГАЧЕВ А.С., ВАДЧЕНКО С.Г., ШКОДИЧ Н.Ф., НЕПАПУШЕВ А.А.</i> .....	318
СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С НАНОЧАСТИЦАМИ СЕРЕБРА МЕТОДОМ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ <i>СТЕПАНОВ А.Л., ОСИН Ю.Н., ТРИФОНОВ А.А., ВАЛЕЕВ В.Ф., НУЖДИН В.И.</i> .....	319
СИНТЕЗ И СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДОВ Si-Ti С БЕНЗО-КРАУН-ЭФИРАМИ <i>ФЕДОРОВА О.В., МУРАШКЕВИЧ А.Н.</i> .....	320
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ</b>	
ПОЛУЧЕНИЕ АЛЮМОКОМПОЗИТОВ С ИНТЕГРИРОВАННЫМИ НАНОЧАСТИЦАМИ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ <i>АГУРЕЕВ Л.Е., КОСТИКОВ В.И., ЕРЕМЕЕВА Ж.В.</i> .....	322

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА И НИКЕЛЯ В ПОРАХ УГЛЕРОДНОЙ МАТРИЦЫ С ЦЕЛЬЮ СОЗДАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МЕТАЛЛ-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИТОВ <i>Захаров Ю.А., Пугачев В.М., Сименюк Г.Ю., Воропай А.Н., Павелко Н.В., Манина Т.С., Барнаков Ч.Н.</i> .....	323
ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПОЛИМЕРНОГО АГЕНТА И ДЛИТЕЛЬНОСТИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПРОЦЕССА НА СТРУКТУРИРОВАННОСТЬ НАНОПОРОШКОВ $ZrO_2$ <i>Ильичёва А.А., До М., Михайлина Н.А., Михаленко И.И., Подзорова Л.И., Куцев С.В.</i> .....	324
КОМПОЗИТЫ МАНГАНИТ-ПОЛИМЕР С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ МАГНЕТОСОПРОТИВЛЕНИЯ <i>Елисеев А.А., Васильев А.В.</i> .....	326
ИЗУЧЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ В ЭЛЕКТРИЧЕСКУЮ ЭНЕРГИЮ НА ОСНОВЕ БИОМОРФНЫХ КОМПОЗИТОВ <i>Ершов А.Е., Классен Н.В., Курлов В.Н.</i> .....	328
ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ КОМПОЗИТОВ 3D-МЕТАЛЛ/ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ И ИХ ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА <i>Леньшина А.С., Середин П.В., Минаков Д.А., Кашкаров В.М., Агапов Б.Л., Домашевская Э.П., Кононова И.Е., Мошников В.А., Терехова Н.С., Шабанова И.Н.</i> .....	329
РАЗРАБОТКА НАНОМОДИФИЦИРОВАННОЙ СВЯЗКИ НА ОСНОВЕ СПЛАВА Cu-Fe-Co-Ni ДЛЯ СОЗДАНИЯ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ <i>Логинов П.А., Левашов Е.А., Курбаткина В.В., Сидоренко Д.А.</i> .....	331
ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИИ И ПЕРЕНОСА ЗАРЯДА В НАНОКОМПОЗИТАХ ИЗ НЕОРГАНИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ И ПОЛИМЕРОВ ПРИ ИОНИЗИРУЮЩЕМ ОБЛУЧЕНИИ <i>Покидов А.П., Классен Н.В.</i> .....	332
ПРОЦЕССЫ СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВЫХ СТАЛЕЙ, СОДЕРЖАЩИХ В ШИХТЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ ВОЛОКНА <i>Панов В.С., Еремеева Ж.В., Скориков Р.А.</i> .....	334
ВЛИЯНИЕ ТЕРМОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУР С РЕШЁТКОЙ ИНВЕРТИРОВАННОГО ОПАЛА НА ФОРМИРОВАНИЕ ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ <i>Сухинина Н.С., Масалов В.М., Жохов А.А., Ходос И.И., Емельченко Г.А.</i> .....	335
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ ЭЛЕКТРОДЫ НА ОСНОВЕ ФОСФИДА ИНДИЯ – ОСНОВА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СУПЕРКОНДЕНСАТОРОВ <i>Сычикова Я.А.</i> .....	337

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ СТАБИЛИЗАТОРА ЗОЛЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ТЕРМИЧЕСКУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО  $ZrO_2$   
*ТРУСОВА Е.А., ХРУЩЕВА А.А., ШЕЛЕХОВ Е.В.* ..... 338

**СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ**

ПРИМЕНЕНИЕ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПЕНОПОЛИУРЕТАНА И НАНОЧАСТИЦ ЗОЛОТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИОСОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ  
*АРХИПОВА В.В., АПЯРИ В.В., УДАЛОВА А.Ю., КОЧУК Е.В., ТОЛМАЧЕВА В.В., ДМИТРИЕНКО С.Г.* ..... 341

ВЯЖУЩИЕ НИЗКОЙ ВОДОПОТРЕБНОСТИ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ПРИРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ  
*ГАРКАВИ М.С., МИННИХАНОВА М.Б.* ..... 342

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ОКСИДНЫХ СИСТЕМ СОСТАВА Fe- Ni и Cu- Ni  
*ГОЛУШКОВА Е.Б., ИЛЬИН А.П.* ..... 343

ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ПОГЛОЩАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ КОМПОЗИТОВ С НАПОЛНИТЕЛЯМИ ИЗ НАНОПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА И ОКСИДА СВИНЦА  
*ГУЛЬБИН В.Н., ПЕТРУНИН В.Ф.* ..... 344

ОСОБЕННОСТИ ВЫСОКОГРАДИЕНТНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЙ В МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ ПОРОШКАХ МЕТАЛЛОВ И МЕХАНОКОМПОЗИТАХ НА ИХ ОСНОВЕ  
*ДИТЕНБЕРГ И.А., ТЮМЕНЦЕВ А.Н., ДЕНИСОВ К.И., ПИНЖИН Ю.П., КОРЧАГИН М.А.* ..... 345

КОНЦЕПЦИЯ СТРОЕНИЯ НАНОКОМПОЗИЦИЙ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ ИЗДЕЛИЙ  
*БАБКИН О.Э., ИЛЬИНА В.В., МИХАЙЛОВ В.Н., ТИМОФЕЕВА М.Л.* ..... 347

ПОЛУЧЕНИЕ И АПРОБАЦИЯ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ ЛИТЫХ АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ  
*КАЛАШНИКОВ И.Е., БОЛОТОВА Л.К., ЧЕРНЫШОВА Т.А.* ..... 348

НАНОГЕТЕРОГЕННЫЕ СИСТЕМЫ ФЕРРОМАГНЕТИК-ДИЭЛЕКТРИК И ФЕРРОМАГНЕТИК-ПОЛУПРОВОДНИК  
*КАЛИНИН Ю.Е., СИТНИКОВ А.В., СТОГНЕЙ О.В.* ..... 349

АКТИВАЦИЯ КАТАЛИТИЧЕСКИХ И СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПРИ ДОПИРОВАНИИ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ  
*ЖУКАЛИН Д.А., КУЛИКОВ Д.Г., БИТЮЦКАЯ Л.А., БОГАТИКОВ Е.В., АНИСИМОВ М.В., НОВИКОВА Л.А., БЕЛЬЧИНСКАЯ Л.И., РЕСНЕР Ф.* ..... 351

ПОЛУЧЕНИЕ МАЛЫХ НАНОЧАСТИЦ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ, РАЗМЕЩЕННЫХ ВО ФТОРУГЛЕРОДНОЙ МАТРИЦЕ, И НАНОЧАСТИЦ СМЕШАННОГО СОСТАВА <i>Курявый В.Г.</i> .....	352
ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ Г13п <i>Еремеева Ж.В., Жердицкая Н.Н., Михеев Г.В.</i> .....	354
ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ И СВОЙСТВ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ <i>Носкова Н.И., Чурбаев Р.В., Земнухова Л.А., Филиппов Ю.И.</i> .....	355
ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ НАНОПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ W-Ni-Fe И ПОЛУЧЕНИЕ СВЕРХПРОЧНЫХ НАНОСТРУКТУРНЫХ ТЯЖЕЛЫХ ВОЛЬФРАМОВЫХ СПЛАВОВ <i>Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Болдин М.С., Сахаров Н.В., Москвичева А.В., Шотин С.В., Лопатин Ю.Г., Котков Д.Н., Писклов А.В., Грязнов М.Ю., Кузин В.Е., Баранов Г.В., Белов В.Ю., Благовещенский Ю.В.</i> .....	357
СВЧ-СИНТЕЗ МЕТАЛЛОКЕРАМИКИ С ЗАДАННЫМИ СВОЙСТВАМИ <i>Опарина И.Б., Раваев А.А., Лавров П.Б., Севостьянов М.А.</i> .....	358
СВЧ-СИНТЕЗ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ГРАНУЛЯРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ <i>Колпаков В.С., Лавров П.Б., Опарина И.Б., Раваев А.А., Федосов М.А.</i> .....	360
ТРЕХМЕРНОЕ ФРАКТАЛЬНОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЧАСТИЦ $ZrO_2$ В ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕ <i>Колмаков А.Г., Опарина И.Б., Севостьянов М.А., Быков П.А., Жирнов А.Е.</i> .....	361
РАЗРАБОТКА РАДИО- И РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ <i>Подивкин В.В., Гульбин В.Н., Колпаков Н.С., Александров Ю.К.</i> .....	363
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ IN-SITU НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ ПРОВОДНИКОВ НА ОСНОВЕ Cu-Nb, Cu-V и Cu-Fe <i>Никулин С.А., Рожнов А.Б., Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Панцырный В.И., Хлебова Н.Е., Нечайкина Т.А.</i> .....	365
ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА МУЛЬТИСЛОЙНЫХ СТРУКТУР СУПЕРПАРАМАГНЕТИК-ПОЛУПРОВОДНИК <i>Калинин Ю.Е., Каширин М.А., Ситников А.В.</i> .....	366
ЭНДОЭДРАЛЬНЫЕ КОМПЛЕКСЫ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК С ЛИТИЕМ ПРИ КОНЕЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ <i>Созыкин С.А., Бескачко В.П.</i> .....	368
ХЕМОСТИМУЛИРУЮЩИЙ ЭФФЕКТ КОМПОЗИЦИЙ $V_2O_5+MnO_2$ С РАЗМЕРОМ ЧАСТИЦ 50-150 МКМ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМООКСИДИРОВАНИЯ GaAs <i>Третьяков Н.Н., Миттова И.Я., Кострюков В. Ф., Кривоносова И.А.</i> .....	369

**СПЕКТРОМИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТОЛБИКОВ НИКЕЛЯ  
В МАТРИЦЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ**

*Турищев С.Ю., Парина Е.В., Овсянников Р., Федотова Ю.А.,  
Мазаник А.В., Стрельцов Е.А., Федотов А.К.*..... 371

**РАСЧЁТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ КАПИЛЛЯРНЫХ СИЛ И КАПИЛЛЯРНОГО  
ДАВЛЕНИЯ В ЖИДКИХ ПРОСЛОЙКАХ МЕЖДУ ЧАСТИЦАМИ  
ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ КОМПОНЕНТОВ**

*Целищев Ю.Г., Вальцифер В.А.* ..... 372

**ОСОБЕННОСТИ ИНТЕРФЕЙСОВ МЕЖДУ НЕОРГАНИЧЕСКИМИ  
НАНОЧАСТИЦАМИ И ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЕЙ В ОБЪЕМНЫХ  
КОМПОЗИТАХ**

*Шахрай О.А., Классен Н.В., Рыженков А.В., Покидов А.П.*..... 374

**СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ**

**МУЛЬТИСЛОЙНЫЕ НАНОСТРУКТУРНЫЕ НИТРИДНЫЕ ПОКРЫТИЯ**

*Белов Д.С., Волхонский А.О., Блинков И.В.* ..... 376

**МЕТАЛЛОПОЛИМЕРНЫЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕРНЫХ  
МЕМБРАН ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ ЭНЕРГИИ**

*Яштулов Н.А., Большакова А.Н., Емельянова О.Н.* ..... 377

**КОНЦЕНТРАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ТЕМПЕРАТУРЫ КЮРИ  
НАНОКОМПОЗИТОВ  $Ni_x(MgO)_{100-x}$**

*Гребенников А.А., Стогней О.В.* ..... 379

**ФИЗИКОХИМИЯ МОДЕЛЬНЫХ РАСПЛАВОВ НИКЕЛЯ И ЖЕЛЕЗА,  
СОДЕРЖАЩИХ ПАВ И ЭКЗОГЕННЫЕ ТУГОПЛАВКИЕ НАНОФАЗЫ**

*Анучкин С.Н., Бурцев В.Т., Самохин А.В., Гренив Н.Ю.* ..... 380

**НАНОКОМПОЗИТЫ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ С ГИДРОКСИАППАТИТОМ  
ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ**

*Берлова Е.В., Домченкова А.С., Жукова В.А., Латухина Н.В.* ..... 382

**ФОРМИРОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ И КЛАСТЕРОВ КРЕМНИЯ В  
ИЗЛУЧАЮЩИХ МНОГОСЛОЙНЫХ СТРУКТУРАХ  $Al_2O_3/SiO_x/Al_2O_3/SiO_x/.../Si$   
(100)**

*Турищев С.Ю., Терехов В.А., Коюда Д.А., Панков К.Н., Ершов А.В.,  
Грачев Д.А., Машин А.И., Домашевская Э.П.* ..... 383

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ  
МЕТАЛЛОВ, ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
НА ИХ ОСНОВЕ**

*Куриганова А.Б., Леонтьева Д.В., Новикова К.С., Леонтьев И.Н.,  
Смирнова Н.В.*..... 384

**ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ ПЕРЕСЫЩЕННОГО РАСТВОРА В  
СИСТЕМАХ ФЕМТОЛИТРОВОГО ОБЪЕМА**

*Малафеева Е.К., Федосеев В.Б.*..... 385

РАЗРАБОТКА АЛМАЗНО-ГАЛЬВАНИЧЕСКОГО ИНСТРУМЕНТА НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ С УПРОЧНЕННОЙ НАНОАЛМАЗАМИ НИКЕЛЕВОЙ СВЯЗКОЙ <i>Маслов А.Л., Полушин Н.И., Куркина Л.И.</i> .....	387
КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ОРИЕНТИРОВАННЫХ МНОГОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК <i>Москвичев А.А.</i> .....	388
ИЗУЧЕНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ УЛЬТРАЗВУКА НА МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ НАНОГЕТЕРОСТРУКТУРЫ <i>Рабинович О.И.</i> .....	390
КОРРОЗИОННО-ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ КОМПОЗИТНЫХ СЛОЕВ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЬ-УГЛЕРОД <i>Садюков Э.Е., Решетников С.М., Харанжевский Е.В., Кривилёв М.Д.</i> .....	392
ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ПЛЁНОК НАНОКОМПОЗИТОВ АЛЮМИНИЙ-КРЕМНИЙ МЕТОДОМ УЛЬТРАМЯГКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ <i>Терехов В.А., Лазарук С.К., Занин И.Е., Усольцева Д.С., Степанова Н.А., Анисимов А.В.</i> .....	393
ЗАВИСИМОСТЬ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТОВ $Co_x(Al_2O_3)_{100-x}$ ОТ УСЛОВИЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ <i>Филатов М.С., Каширин М.А., Стогней О.В.</i> .....	395
ПОЛИМЕР-ИММОБИЛИЗОВАННЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫЕ МЕТОДОМ НЕСТАЦИОНАРНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА <i>Беспалова Ж.И., Храменкова А.В.</i> .....	396
РАЗРАБОТКА СОСТАВОВ И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ КОНСТРУКЦИОННОГО НАЗНАЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ МЕДИ И НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО УГЛЕРОДА <i>Щетинин Ю.А., Астрединов В.М., Ваганов В.Е.</i> .....	398
<b>СЕКЦИЯ 5 ИННОВАЦИОННЫЕ ПРИМЕНЕНИЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ (ЭНЕРГЕТИКА, МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕДИЦИНА И ДР.) И РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ АТТЕСТАЦИИ НАНОМАТЕРИАЛОВ</b> .....	<b>401</b>
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ</b>	
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОРОШКИ ДЛЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ (Приглашенный доклад) <i>Петрунин В.Ф., Попов В.В., Гречишников С.И., Коровин С.А.</i> .....	402
СИНТЕЗ КОМПОЗИТОВ ОПАЛ-ФОТОРЕЗИСТ, ИВЕРТИРОВАННЫХ СТРУКТУР И СРЕД С ПЕРИОДИЧЕСКИМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ЦЕНТРОВ СВЕЧЕНИЯ НА ИХ ОСНОВЕ (Приглашенный доклад) <i>Климонский С.О., Бахия Т., Бородинов Н.С., Верецагина Н.Ю., Кнотько А.В.</i> .....	403

ВОДНЫЕ КОЛЛОИДНЫЕ РАСТВОРЫ КВАНТОВЫХ ТОЧЕК ДЛЯ ЦИТОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ В МЕДИЦИНЕ ( <i>Приглашенный доклад</i> ) <i>РЕМПЕЛЬ С.В., АЛЕКСАНДРОВА Н.Н., ПОДКОРЫТОВА А.А., КОЖЕВНИКОВА Н.С.,</i> <i>РЕМПЕЛЬ А.А.</i> .....	405
ОБРАЗОВАНИЕ ГИБРИДНЫХ МИКРОСФЕР ПО МЕХАНИЗМУ ПАР-ЖИДКОСТЬ-ТВЕРДОЕ В УСЛОВИЯХ КАПИЛЛЯРНОЙ НЕУСТОЙЧИВОСТИ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В КАЧЕСТВЕ МЕТАМАТЕРИАЛОВ ТЕРРАГЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНА <i>БАШАРИН А.Ю., БАШАРИН А.А.</i> .....	406
ВЫСОКОПЛОТНЫЕ ОКСИДНЫЕ НАНОКЕРАМИКИ: ПОЛУЧЕНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА <i>ГИЖЕВСКИЙ Б.А., НАУМОВ С.В., ПИЛЮГИН В.П., НОМЕРОВАННАЯ Л.В.,</i> <i>МОСТОВЩИКОВА Е.В., МАХНЕВ А.А., ТЕЛЕГИН А.В.</i> .....	407
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ НЕИНВАЗИВНОЙ БИОМЕДИЦИНСКОЙ ДИАГНОСТИКИ <i>ГУДИЛИН Е.А., СЕМЕНОВА А.А., БРАЖЕ Н.А., МАКСИМОВ Г.В.</i> .....	409
XPS ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЖАТОМНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ В МНОГОСЛОЙНЫХ НАНОСТРУКТУРАХ (Co <sub>45</sub> Fe <sub>45</sub> Zr <sub>10</sub> /a-Si) <sub>40</sub> И (Co <sub>45</sub> Fe <sub>45</sub> Zr <sub>10</sub> /SiO <sub>2</sub> ) <sub>32</sub> <i>ДОМАШЕВСКАЯ Э.П., ЧЕРНЫШЕВ А.В., ТУРИЦЕВ С.Ю., КАЛИНИН Ю.Е.,</i> <i>СИТНИКОВ А.В.</i> .....	410
ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ НАНОСЦИНТИЛЛЯТОРОВ В ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГЕТИКЕ, МЕДИЦИНСКОЙ ДИАГНОСТИКЕ И ТЕРАПИИ <i>КЛАССЕН Н.В., КЕДРОВ В.В., КУРЛОВ В.Н., ШМЫТЬКО И.М., ШМУРАК С.З.,</i> <i>ШАХРАЙ О.А.</i> .....	411
ВОЗМОЖНОСТИ ПОДХОДА, ОСНОВАННОГО НА КОМБИНИРОВАНИИ ДАННЫХ, ПОЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКИМИ И РЕНТГЕНОДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ КРИСТАЛЛОГРАФИИ НАНОМАТЕРИАЛОВ <i>КЛЕЧКОВСКАЯ В.В., ИМАМОВ Р.М.</i> .....	413
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛОС СДВИГА В НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ ЧИСТОМ НИОБИИ, ПОЛУЧЕННОМ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ <i>КОММЕЛЬ Л.</i> .....	414
ФТОРИДНАЯ ЛАЗЕРНАЯ НАНОКЕРАМИКА <i>ГАРИБИН Е.А., ГУСЕВ П.Е., ДОРОШЕНКО М.Е., КУЗНЕЦОВ С.В., ОСИКО В.В.,</i> <i>ФЕДОРОВ П.П.</i> .....	416
ПОТЕНЦИАЛЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ МЕЖДУ АТОМАМИ ДЛЯ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ <i>ЛИПНИЦКИЙ А.Г.</i> .....	418

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШИХТЫ МАГНИТОТВЁР- ДОГО СПЛАВА 22Х15К МЕТОДАМИ МЁССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА	
<i>АЛЫМОВ М.И., КОРНЕЕВ В.П., КОВАЛЁВ Д.Ю., МИЛЯЕВ И.М., ВОМПЕ Т.А.</i> .....	419
СИНТЕЗ СУПЕРИОННЫХ ПРОВОДНИКОВ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОИСТО-СТОЛБЧАТЫХ АЛЮМОСИЛИКАТОВ	
<i>НУРАЛЫЕВ Б., АРЕБУЗНИКОВ В.В., ОВЧИННИКОВ Н.Л., БУТМАН М.Ф.</i> .....	421
ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ КАК МАТЕРИАЛ В ЭЛЕКТРОНИКЕ, ЭНЕРГЕТИКЕ, МЕДИЦИНЕ	
<i>ЛАТУХИНА Н.В., ПИСАРЕНКО Г.А., РОГОЖИН А.С., ЛИЗУНКОВА Д.А., ГАРШИН А.А.</i> ...	422
МНОГОВАРИАНТНОСТЬ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧИ ФОРМИРОВАНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА НЕОРГАНИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ КОСТНЫХ ИМПЛАНТАТОВ В РАЗЛИЧНЫХ ОКСИДНЫХ СИСТЕМАХ	
<i>САФРОНОВА Т.В., ПУТЛЯЕВ В.И.</i> .....	424
ОПТИЧЕСКИ ПРОЗРАЧНАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ НАНОПОРОШКОВ	
<i>ХАСАНОВ О.Л., ДВИЛИС Э.С., КАЧАЕВ А.А., ХАСАНОВ А.О.</i> .....	425
НАНОРАЗМЕРНЫЙ МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ГИДРОКСИЛАПАТИТ В КАЧЕСТВЕ МАТЕРИАЛА ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ЦЕЛЕЙ	
<i>ЧАЙКИНА М.В., БУЛИНА Н.В., ИЩЕНКО А.В., ПРОСАНОВ И.Ю.</i> .....	427
ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ НАНОКОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ $Rb_xFe_{2-y}Se_2$	
<i>ШЕВЕЛЬКОВ А.В., РОСЛОВА М.В., БОЛТАЛИН А.И., МОРОЗОВ И.В.</i> .....	429
<b>УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ</b>	
МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ БИОАКТИВНЫЕ ПОКРЫТИЯ $TiCaPCON-(Ag,Cu)$ С АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫМ ЭФФЕКТОМ	
<i>БАТЕНИНА И.В., КИРЮХАНЦЕВ-КОРНЕЕВ Ф.В., ШЕВЕЙКО А.Н., ЛЕВАШОВ Е.А., АНИСИМОВА Н.Ю., ГЛУШАНКОВА Н.А., ШТАНСКИЙ Д.В.</i> .....	430
$TiO_2$ НАНОЧАСТИЦЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ И ДОСТАВКИ В КЛЕТКИ НАНОКОМПОЗИТОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДНК-ФРАГМЕНТЫ	
<i>БЕССУДНОВА Е.В., ШИКИНА Н.В., ИСМАГИЛОВ З.Р., ЛЕВИНА А.С., РЕПКОВА М.Н., МАЗУРКОВА Н.А., РЯБЧИКОВА Е.И., ЗАРЬТОВА В.Ф.</i> .....	431
КРЕМНИЕВЫЕ НАНОНИТИ КАК СЕНСОРЫ МОЛЕКУЛ КИСЛОРОДА	
<i>ГЕОРГОБИАНИ В.А., МАРШОВ В.С., ОСМИНКИНА Л.А., ТИМОШЕНКО В.Ю.</i> .....	433
СИНТЕТИЧЕСКИЕ ПОРОШКИ СТРУВИТА И НЬЮБЕРИТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКИХ РЕЗОРБИРУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ	
<i>КАЗАКОВА Г.К., САФРОНОВА Т.В., ПУТЛЯЕВ В.И.</i> .....	435
ЭФФЕКТ РЕЗИСТИВНОГО ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ В НАНОСТРУКТУРАХ ВОССТАНОВЛЕННОГО ОКСИДА ГРАФЕНА	
<i>КАПИТАНОВА О.О.</i> .....	436

ПОЛУЧЕНИЕ АМОРФНОГО УГЛЕРОДА ВЗРЫВНОЙ АМОРФИЗАЦИЕЙ АЛМАЗА ПРИ КОНТАКТЕ С ЖИДКИМ УГЛЕРОДОМ <i>Башарин А.Ю., Лысенко И.Ю.</i> .....	438
ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ЗАРЯДОВЫХ ЭФФЕКТОВ КЛАСТЕРОВ СЕРЕБРА В РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ ПРОПИЛЕНА <i>Польнская Ю.Г., Пичугина Д.А., Кузьменко Н.Е.</i> .....	438
РАЗРАБОТКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ БАЗАЛЬНОГО ВОЛОКНА <i>Рыбин В.А.</i> .....	440
СИНТЕЗ И ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ФТОРСОДЕРЖАЩЕГО ДИОКСИДА ТИТАНА <i>Садовников А.А., Баранчиков А.Е.</i> .....	441
РАЗРАБОТКА ЭФФЕКТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ Fe-Cr-Co МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ <i>Альмов М.И., Устюхин А.С., Миляев И.М., Левинский Ю.В.</i> .....	443
БИОРЕЗОРБИРУЕМЫЕ РЕАКЦИОННО-СВЯЗАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ТКАНЕВОЙ ИНЖЕНЕРИИ <i>Филиппов Я.Ю., Ларионов Д.С., Путляев В.И., Агахи К.А., Ковальков В.К., Соколов А.В.</i> .....	444
ВОЗДЕЙСТВИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА МЕЗОСТРУКТУРУ АМОРФНОГО ГИДРАТИРОВАННОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ <i>Япрынцев А.Д.</i> .....	446
<b>СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЕ НА КОНКУРС МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ</b>	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ФИЛЬТРУЮЩИХ СИСТЕМ С ПОМОЩЬЮ ЭТАЛОНА ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ <i>Бектурганова Г.К., Веретельников Н.В.</i> .....	448
КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ АДСОРБЦИИ КИСЛОРОДА И МОНООКСИДА УГЛЕРОДА НА СМЕШАННЫХ КЛАСТЕРАХ ЗОЛОТА <i>Гоголь В.В., Пичугина Д.А., Кузьменко Н.Е.</i> .....	449
ОЦЕНКА БЕЗОПАСНОСТИ НАНОМАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПОЧВЕННЫХ НЕМАТОД <i>Давлетшина Г.И., Минуллина Р.Т.</i> .....	450
ОСТЕОКОНДУКТИВНАЯ РЕЗОРБИРУЕМАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ $\text{Ca}_{(3-x)}\text{M}_{2x}(\text{PO}_4)_2$ (M=Na, K) <i>Евдокимов П.В., Путляев В.И.</i> .....	452
КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ В СИСТЕМЕ $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ , ПОЛУЧЕННЫЕ ИЗ КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ И ДИГИДРОФОСФАТА КАЛЬЦИЯ <i>Курбатова С.А., Сафронова Т.В., Путляев В.И.</i> .....	453

<b>Pt- и Pd-СОДЕРЖАЩИЕ ПРЕКУРСОРЫ ДЛЯ ТЕРМОКАТАЛИТИЧЕСКИХ СЕНСОРОВ</b>	
<i>Лапшина М.М., Колесник И.В., Напольский К.С.</i> .....	455
<b>ОДНОМЕРНЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МЕДИЦИНЫ</b>	
<i>Насакина Е.О., Севостьянов М.А., Леонова Ю.О., Колмаков А.Г., Заболотный В.Т.</i> .....	456
<b>ДИАГНОСТИКА ПЛЕНОК НИТРИДА КРЕМНИЯ ПЕРЕМЕННОГО СОСТАВА МЕТОДОМ УЛЬТРАМЯГКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ</b>	
<i>Терехов В.А., Паринова Е.В., Антоненко А.Х.</i> .....	458
<b>ЭЛЕКТРОДЫ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ НАНОЧАСТИЦАМИ ЗОЛОТА ДЛЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЛУТАТИОНА</b>	
<i>Перевезенцева Д.О., Горчаков Э.В.</i> .....	459
<b>СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЯ АНТИФРИКЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ РОТОРОВ ВЫСОКОСКОРОСТНЫХ МАШИН</b>	
<i>Проскурина О.И., Антипов В.Н., Кручинина И.Ю., Московская В.В.</i> .....	461
<b>ЦЕМЕНТНАЯ СИСТЕМА БИОПОЛИМЕР – ФОСФАТЫ КАЛЬЦИЯ ДЛЯ ЗАПОЛНЕНИЯ КОСТНЫХ ДЕФЕКТОВ</b>	
<i>Тетерина А.Ю., Федотов А.Ю., Комлев В.С., Баринов С.М.</i> .....	463
<b>СРАВНЕНИЕ СВОЙСТВ ТЕРМИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ОКТАКАЛЬЦИЕВОГО ФОСФАТА И БРУШИТА И ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ В КАЧЕСТВЕ ПРЕКУРСОРОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БИОКЕРАМИКИ</b>	
<i>Тихонов А.А.</i> .....	464
<b>АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫЕ РЕЗОРБИРУЕМЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ АЛЬГИНАТА ДЛЯ РЕГЕНЕРАЦИИ КОЖНОГО ПОКРОВА</b>	
<i>Цванг Ф.М., Федотов А.Ю., Тетерина А.Ю., Комлев В.С., Баринов С.М.</i> .....	465
<b>ТЕЗИСЫ ДЛЯ КРУГЛОГО СТОЛА</b> .....	467
<b>О МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКОМ НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНОМ КОНСОРЦИИМЕ НАЦИОНАЛЬНОЙ НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СЕТИ</b>	
<i>Анашина О.Д., Горынин И.В., Иванов В.Б., Каблов Е.Н., Калинин Б.А., Каргин Н.И., Кондаков В.В., Кузнецов П.А., Луценко А.Н., Парфенов А.А., Петрунин В.Ф., Савченко А.Г., Стриханов М.Н., Тузов Ю.В., Филонов М.Р., Шмаков А.А., Ягодкин Ю.Д.</i> .....	468

**АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ**

**В**  
Boskovic S. .... 229, 277  
Bucevac D. .... 229

**С**  
Chun-Rong Lin..... 94

**J**  
Jaworska L. .... 229

**К**  
Klimczyk P..... 229

**L**  
Lin C.R. .... 314

**М**  
Matovic B. .... 229, 277

**А**  
Абдуллаев А.М. .... 72  
Абрамова Е.Н..... 123  
Абросимова Г.Е. .... 197, 201, 241  
Агапов Б.Л. .... 329  
Агахи К.А. .... 444  
Агуреев Л.Е..... 322  
Ажажа В.М. .... 12  
Аксенов Д.И..... 51  
Александров Ю.К. .... 363  
Александрова Н.Н. .... 405  
Алексеев А.А. .... 21  
Алексеев Н.В. .... 19, 43, 49  
Алёшин Г.Н. .... 244  
Алисиенок О.А. .... 267  
Алымов М.И. .... 18, 21, 65, 73, 205,  
419, 443

Аль-Зубейди А.А.....39  
Анашина О.Д.....468  
Андреев А.В. .... 124  
Андриевский Р.А. .... 196, 229  
Анисимов А.В. .... 177, 393  
Анисимов М.В..... 351  
Анисимова Н.Ю. .... 430  
Анкудинов А.Б..... 65, 73, 205  
Антипов В.И..... 256  
Антипов В.Н.....461  
Антоненко А.Х.....458  
Антонова М.А. .... 146  
Антонова М.С. .... 307  
Анучкин С.Н. .... 380  
Анчарова У.В. .... 232, 257  
Апяри В.В.....341  
Арбузников В.В. .... 421  
Аронин А.С. .... 197, 201, 241  
Артемов В.В. .... 52  
Архипова В.В. .... 341  
Астафурова Е.Г. .... 216, 288, 299  
Асташов А.Г. .... 43  
Астрединов В.М.....398

**Б**  
Бабаев В.А..... 162  
Бабкин О.Э. .... 347  
Багазеев А.В.....22  
Баздырева С.В. .... 12  
Бакина О.В. .... 28  
Балаев Э.Ю..... 144  
Бараз В.Р. .... 279  
Баранов Г.В. .... 357  
Баранов Е.Е. .... 256  
Баранчиков А.Е. .... 37, 441

Барбин Н.М. ....	54	Бовина Е.А. ....	57
Баринов С.М. ....	236, 463, 465	Богатиков Е.В. ....	351
Баркалов Е.Е. ....	55	Богомяков А.С. ....	295
Барнаков Ч.Н. ....	323	Бодрова Л.Е. ....	304
Барулин А.В. ....	60	Божевольнов В.Е. ....	13
Батенина И.В. ....	430	Бойнович Л.Б. ....	104, 108
Батулин А.А. ....	202, 215	Бойцова О.В. ....	131
Бахия Т. ....	403	Бокова А.М. ....	178
Бахтеева Н.Д. ....	258	Болдин М.С. ....	233, 315, 357
Башарин А.А. ....	406	Болотова Л.К. ....	348
Башарин А.Ю. ....	406, 438	Болталин А.И. ....	429
Башарин И.А. ....	25	Большакова А.Н. ....	309, 377
Безкровный А.С. ....	91	Бондарев А.В. ....	128
Безрядин М.Н. ....	149	Борисов Д.П. ....	124, 154
Бейгельзимер Я.Е. ....	199	Бормонтов Е.Н. ....	85
Бекетов И.В. ....	22, 56	Бородинов Н.С. ....	403
Бектурганов Н.С. ....	82	Боряк А.В. ....	129
Бектурганова Г.К. ....	448	Босых М.А. ....	146, 307
Белов В.Ю. ....	357	Бочарников В.А. ....	25
Белов Д.С. ....	125, 376	Бочвар Н.Р. ....	207, 300
Белозерова К.А. ....	264	Браже Н.А. ....	409
Белоногов Е.К. ....	10	Браиловский В. ....	238, 253
Бельчинская Л.И. ....	351	Бричкин С.Б. ....	81
Беляков А.Н. ....	273	Букреев Д.А. ....	260
Березовская В.Р. ....	154	Булина Н.В. ....	427
Берлова Е.В. ....	382	Бурханов Г.С. ....	10, 240, 250
Бескачко В.П. ....	368	Бурцев В.Т. ....	380
Беспалова Ж.И. ....	396	Бурцева Н.А. ....	147
Бессуднова Е.В. ....	431	Буряченко С.В. ....	92
Битюцкая Л.А. ...	69, 76, 85, 178, 351	Буташин А.В. ....	162
Благовещенская Н.В. ....	43, 204	Бутман М.Ф. ....	30, 421
Благовещенский Ю.В. ..	43, 204, 315, 357	Быков П.А. ....	361
Бледнова Ж.М. ....	144		
Блинков И.В. ....	125, 376	<b>В</b>	
Бобкова Т.И. ....	126	Вавилова В.В. ....	129, 269
		Ваганов В.Е. ....	398
		Вадченко С.Г. ....	318

Валеев В.Ф. ....	319	Гервиц Н.Е. ....	94
Вальцифер В.А. ....	22, 100, 372	Гижевский Б.А. ....	261, 407
Варюхин В.Н. ....	199	Гильманов М.И. ....	60
Васильев А.В. ....	326	Гиппиус А.А. ....	94
Васильев С.А. ....	31	Гирсова Н.В. ....	215
Васильева О.В. ....	78	Глазкова Е.А. ....	28
Веретельников Н.В. ....	448	Глезер А.М. ....	200, 248, 293
Верещагина Н.Ю. ....	403	Глушанкова Н.А. ....	430
Виноградов А.Ю. ....	300	Глушков Г.И. ....	76
Виноградов Л.В. ....	256	Гнедовец А.Г. ....	65, 205
Власов А.Ю. ....	257	Гоголь В.В. ....	449
Власов В.П. ....	162	Гойда Э.Ю. ....	304
Власова А.Ю. ....	242	Голощатов Д.Л. ....	39
Вовк О.М. ....	91	Голушкова Е.Б. ....	343
Возгорьков А.М. ....	149	Гончар К.А. ....	96
Волков И.А. ....	41	Гороховский А.В. ....	84, 274
Волкова Е.Г. ....	268	Горчаков Э.В. ....	459
Волхонский А.О. ....	125, 376	Горынин И.В. ....	468
Вольдман Г.М. ....	204	Гоффман В.Г. ....	84
Вомпе Т.А. ....	235, 419	Грабовецкая Г.П. ....	218
Воронов В.В. ....	37	Грачев Д.А. ....	383
Воропай А.Н. ....	323	Гребенников А.А. ....	379
Востриков А.А. ....	89	Гребенников И.С. ....	35
Вохминцев К.В. ....	23, 59	Гренев Н.Ю. ....	380
Высоцкий Д.В. ....	87	Грецкая И.Ю. ....	52
<b>Г</b>			
Гак В.Ю. ....	81	Гречишников С.И. ....	402
Галахов В.Р. ....	261	Григорьев А.Н. ....	142
Галенко П.К. ....	109	Григорьев С.А. ....	308
Гарибин Е.А. ....	416	Григорьева А.В. ....	60, 101
Гарипов О.Ф. ....	277	Гришков В.Н. ....	202, 215
Гаркави М.С. ....	342	Грязнов М.Ю. ....	357
Гаршин А.А. ....	422	Губица Й. ....	207
Гаськов А.М. ....	115	Гудилин Е.А. ....	409
Гвоздев П.П. ....	180	Гудимова Е.Ю. ....	106, 167
Георгобиани В.А. ....	433	Гулин А.Е. ....	271
		Гульбин В.Н. ....	344, 363

Гурьянов А.М. .... 61  
 Гусев П.Е. .... 416

*Д*

Давлетшина Г.И. .... 450  
 Давыдова Е.А. .... 157  
 Данилов В.И. .... 209  
 Данилов Д.А. .... 109  
 Данилова Е.В. .... 109  
 Датий К.А. .... 40  
 Даудова А.Л. .... 72  
 Двилис Э.С. .... 280, 425  
 Демидова С.Ю. .... 98  
 Демина Т.М. .... 22  
 Демишев С.В. .... 60  
 Денисов К.И. .... 154, 345  
 Дервянко М.С. .... 260  
 Джафаров М.А. .... 150  
 Дитенберг И.А. .... 154, 345  
 Дмитриев А.В. .... 25, 263  
 Дмитриенко С.Г. .... 341  
 До М. .... 324  
 Добаткин С.В. .... 207, 216, 226, 236,  
 240, 246, 250, 273,  
 284, 287, 288, 300  
 Добаткина Т.В. .... 286, 287  
 Додони Е. .... 207  
 Додонов В.Г. .... 78  
 Домашевская Э.П. .. 39, 87, 329, 383,  
 410  
 Домченкова А.С. .... 382  
 Донцов А.И. .... 10  
 Дорошенко М.Е. .... 416  
 Дроздова Е.И. .... 230  
 Дуб С.Н. .... 12  
 Дубинская Ю.Л. .... 314  
 Дубинский С.М. .... 253

Дубов Д.Ю. ....89

*Е*

Евдокимов П.В. ....452  
 Егоров А.В. ....33  
 Екимов Е.А. ....230  
 Елисеев А.А. .... 15, 326  
 Елисеев В.С. ....257  
 Елсуков Е.П. ....304  
 Емельченко Г.А. ....335  
 Емельяненко А.М. .... 108  
 Емельянова О.Н. .... 309, 377  
 Еремеева Ж.В. .... 311, 322, 334, 354  
 Ерёмина М.А. ....304  
 Ермаков Р.П. ....37  
 Ермолаева А.А. ....307  
 Ермолаева Ю.В. ....91  
 Ерошенко А.Ю. ....209  
 Ершов А.В. .... 177, 383  
 Ершов А.Е. ....328  
 Ершов И.В. .... 185  
 Еселевич Д.А. ....34  
 Ефимов А.А. ....41

*Ж*

Жапова Д.Ю. ....215  
 Жариков Е.В. ....51  
 Жарский И.М. ....267  
 Жердицкая Н.Н. ....354  
 Жеребцов М.С. ....271  
 Жирнов А.Е. ....361  
 Жохов А.А. ....335  
 Жукалин Д.А. ....351  
 Жукова В.А. ....382  
 Журавский Н.А. ....267

*З*

Забелин С.Ф. ....210

Заболотный В.Т. ....	252, 456
Замулаева Е.И. ....	105
Занин И.Е. ....	393
Зарытова В.Ф. ....	431
Захаров Ю.А. 26, 40, 78, 97, 295, 323	
Захарова Г.С. ....	63
Заяц С.В. ....	312
Звонарев С.В. ....	297
Звукова Т.М. ....	140, 174
Зеленский В.А. ....	65, 73, 205, 210
Зельдович В.И. ....	212
Земнухова Л.А. ....	316, 355
Зуев Д.А. ....	115
Зюзюкина Е.Н. ....	97

***И***

Иванов А.С. ....	142
Иванов В.Б. ....	468
Иванов В.В. ....	41, 312
Иванов В.К. ....	37
Иванов М.Б. ....	290
Иванов С.А. ....	213
Иевлев В.М. ....	10, 175, 236
Ильин А.П. ....	343
Ильина В.В. ....	347
Ильинова Т.Н. ....	129
Ильичёва А.А. ....	324
Илясов В.В. ....	185
Имамов Р.М. ....	413
Инаекян К. ....	238, 253
Ипатов А.Г. ....	119
Исаева Н.В. ....	43, 204, 315
Исмагилов З.Р. ....	431
Ищенко А.В. ....	427

***К***

Каблов Е.Н. ....	468
------------------	-----

Казакова Г.К. ....	435
Казеев М.Н. ....	55
Каланда Н.А. ....	59
Калашников И.Е. ....	348
Калетина Ю.В. ....	264
Калин Б.А. ....	468
Калинин Ю.Е. ....	349, 366, 410
Каневский В.М. ....	162
Канныкин С.В. ....	129, 146, 149, 269
Капитанова О.О. ....	436
Каргин Н.И. ....	468
Карпов М.И. ....	306
Карпова Е.И. ....	172
Карпушкина Ю.В. ....	78
Кауль А.Р. ....	110, 142
Качаев А.А. ....	280, 425
Кашин О.А. ....	215
Каширин М.А. ....	190, 366, 395
Кашкаров В.М. ....	329
Ке И. ....	282
Кедров В.В. ....	411
Кильмаметов А.Р. ....	236, 246
Кирюханцев-Корнеев Ф.В. 105, 128,	135, 191, 430
Киселева Л.В. ....	116
Классен Н.В. ....	47, 328, 332, 374, 411
Клечковская В.В. ....	413
Клименко А.А. ....	131
Клименко С.А. ....	256
Климонский С.О. ....	403
Клочихина А.В. ....	57
Кнотько А.В. ....	403
Кнурова М.В. ....	98
Коберник Н.В. ....	180
Ковалев Д.Ю. ....	242, 419
Ковалев Е.П. ....	65, 205

Ковалев Л.В. ....	59	Косарев А.В. ....	84
Коваль Ю.Н. ....	215	Костенков С.Н. ....	67
Ковальков В.К. ....	444	Костиков В.И. ....	311, 322
Коджаспиров Г.Е. ....	266	Костоград И.А. ....	132
Кожевникова Н.С. ....	405	Кострюков В. Ф. ....	369
Козлов В.Ф. ....	55	Костюченко А.В. ....	175, 236, 307
Койдан В.С. ....	55	Косякова К.А. ....	246
Колесник И.В. ....	455	Котенева М.В. ....	134
Колесников А.В. ....	67	Котина Г.В. ....	57
Колмаков А.Г. ....	256, 361, 456	Котков Д.Н. ....	315, 357
Колобов Ю.Р. ....	290	Коцарева К.В. ....	44
Колосов В.Ю. ....	155	Кочетов Н.А. ....	242
Колпаков В.С. ....	360	Кочук Е.В. ....	341
Колпаков Н.С. ....	363	Кошовкина В.С. ....	216, 288, 299
Комлев А.А. ....	157	Коюда Д.А. ....	383
Комлев А.Е. ....	157	Красильников В.Н. ....	34
Комлев В.С. ....	236, 463, 465	Крейцберг А.Ю. ....	238
Коммель Л. ....	414	Кретов Ю.Л. ....	216, 288, 299
Кондаков В.В. ....	468	Кривилев М.Д. ....	109, 168, 392
Кондрашова Н.Б. ....	100	Кривоносова И.А. ....	369
Кононова И.Е. ....	329	Круковский К.В. ....	215
Конькова Т.Н. ....	282	Кручинина И.Ю. ....	461
Конюкова А.В. ....	34	Кудрявцева Е.П. ....	309
Копейкина М.Ю. ....	256	Кудряшов А.Е. ....	105
Копылов В.И. ....	202, 226, 284	Кузин В.Е. ....	357
Корнеев В.П. ....	419	Кузнецов Д.Д. ....	219
Коробейников М.В. ....	257	Кузнецов П.А. ....	468
Коробко Е.В. ....	267	Кузнецов С.В. ....	37, 416
Коровин С.А. ....	75, 402	Кузьменко Н.Е. ....	438, 449
Королькова И.Г. ....	286	Куликов Д.Г. ....	351
Коротаев А.Д. ....	113, 124, 154, 166	Купер К.Э. ....	257
Коротницкий А.В. ....	238	Купцов К.А. ....	135
Короткевич А.А. ....	110	Куранова Н.Н. ....	221
Коротков Н.Ю. ....	94	Куратова Н.С. ....	181
Кортов В.С. ....	297	Курбаткина В.В. ....	137, 331
Корчагин М.А. ....	345	Курбатова С.А. ....	453

Куриганова А.Б.....	384
Куриленко А.С.....	63
Куркина Л.И. ....	387
Курлов В.Н. ....	328, 411
Курманаева Л.....	246
Курошев И.С.....	284
Курявый В.Г. ....	352
Кущев С.В.....	324
Куцельк Т.В. ....	69
Кущев С.Б. ....	10, 146, 149

*Л*

Лавриков А.С.....	52
Лавриненко С.Д. ....	12
Лавров П.Б. ....	358, 360
Лазарев Э.М.....	256
Лазарук С.К.....	393
Лаповок Р.....	292
Лапшина М.М.....	455
Ларионов Д.С.....	444
Латухина Н.В. ....	382, 422
Лебедев В.А. ....	131
Лебедев В.Г.....	109
Лебедев В.М. ....	61
Лебедев В.Т.....	61
Лебедева Е.А.....	22
Лебедева И.И. ....	100
Левашов Е.А. ....	105, 135, 137, 242, 331, 430
Левина А.С.....	431
Левинский Ю.В.....	204, 443
Лелюк Д.П. ....	182
Леньшин А.С. ....	184, 329
Леонова Ю.О. ....	456
Леонтьев И.Н. ....	384
Леонтьева Д.В.....	384
Лернер М.И.....	28, 46

Лизункова Д.А. ....	422
Лизунова А.А.....	41
Липницкий А.Г. ....	245, 418
Литвинова И.С. ....	49
Литовченко И.Ю. ....	124
Логачев В.В. ....	39
Логинов П.А.....	331
Ложкомоев А.С. ....	28
Ломаева С.Ф.....	304
Лопатин Ю.Г.....	315, 357
Лотин А.А. ....	115
Лотков А.И. . 106, 112, 118, 159, 167, 202, 215	
Лукашев Р.В.....	57
Лукашин А.В.....	15
Лукин О.А. ....	146
Лукьянова Е.А.....	286, 287
Луценко А.Н.....	468
Лысенко И.Ю.....	438
Любутин И.С.....	94, 314
Ляхов Н.З. ....	8

*М*

Магомедов М.Н.....	70
Мазаник А.В.....	371
Мазилкин А.А. ....	246
Мазуркова Н.А. ....	431
Майер Г.Г.....	216, 288, 299
Макаревич А.М.....	110
Максименко А.А. ....	10
Максименкова Ю.М.....	300
Максимов Г.В.....	409
Максимовская В.В. ....	257
Малафеева Е.К. ....	385
Малий Л.В. ....	136
Малыхин С.В. ....	12
Мальцева А.А.....	110



Новикова З.А. ....	267
Новикова К.С. ....	384
Новикова Л.А. ....	351
Новодворский О.А. ....	115
Номерованная Л.В. ....	407
Носкова Н.И. ....	268, 355
Нохрин А.В. ....	233, 315, 357
Нуждин В.И. ....	319
Нуралыев Б. ....	30, 421

**О**

Овсянников Р. ....	87, 371
Овчинников Н.Л. ....	30, 421
Овчинников С.В. ....	113, 166
Овчинникова И.В. ....	54
Овчинникова М.С. ....	187
Одесский П.Д. ....	216, 288
Онуки Д. ....	282
Опарина И.Б. ....	358, 360, 361
Осико В.В. ....	37, 416
Осин Ю.Н. ....	319
Осминкина Л.А. ....	96, 433
Остапенко М.Г. ....	106, 167
Остроушко А.А. ....	170

**П**

Павелко Н.В. ....	323
Палий Н.А. ....	269
Панасенко А.Е. ....	316
Панков К.Н. ....	383
Панов В.С. ....	334
Панов Ю.М. ....	142
Панцырный В.И. ....	365
Паринова Е.В. ....	371, 458
Парфенов А.А. ....	468
Паршина Л.С. ....	115
Пастухов Э.А. ....	304

Пахило-Дарьял И.О. ....	49
Пелевин И.А. ....	240
Первиков А.В. ....	46
Перевезенцева Д.О. ....	459
Пережогин В.Ю. ....	226
Пермякова И.Е. ....	293
Першина Е.А. ....	201, 241
Петров А.В. ....	59
Петрунин В.Ф. ....	75, 344, 402, 468
Петухов И.А. ....	115
Пилогин В.П. ....	219, 407
Пинжин Ю.П. ....	113, 154, 166, 345
Писаренко Г.А. ....	422
Писклов А.В. ....	315, 357
Пичугина Д.А. ....	438, 449
Погожев Ю.С. ....	242
Подзорова Л.И. ....	324
Подкорытова А.А. ....	405
Покидов А.П. ....	332, 374
Полилкин В.В. ....	363
Политова Г.А. ....	250
Полубавкина Ю.С. ....	188
Полушин Н.И. ....	187, 387
Польнская Ю.Г. ....	438
Полякова М.А. ....	271
Поминова Д.В. ....	37
Попов А.Е. ....	87
Попов Вик. Вл. ....	75, 402
Попов Вл. Вл. ....	219
Попов С.В. ....	76
Попова А.Н. ....	295
Попова Е.Н. ....	219
Потанин А.Ю. ....	242
Потапова И.Н. ....	230
Прижимов А.С. ....	139
Провоторов М.В. ....	51

Провоторов П.В. ....	47
Прокошкин С.Д. ....	238, 253
Просанов И.Ю. ....	427
Просвирин И.П. ....	78
Просвирнин Д.В. ....	273
Проскурина О.И. ....	461
Протасова С.Г. ....	246
Пугачёв А.Т. ....	12
Пугачев В.М. ....	26, 40, 78, 97, 295, 323
Пуляев С.А. ....	92
Путилин Ф.Н. ....	33, 115
Путляев В.И. ....	424, 435, 444, 452, 453
Пушин А.В. ....	221
Пушин В.Г. ....	221

**Р**

Рааб А.Г. ....	244
Рааб Г.И. ....	216, 222, 226, 244, 249, 273, 300
Рабинович О.И. ....	390
Раваев А.А. ....	358, 360
Ракова Е.В. ....	162
Ральченко В.Г. ....	140, 174
Ремпель А.А. ....	405
Ремпель С.В. ....	405
Репкова М.Н. ....	431
Реснер Ф. ....	351
Решетников С.М. ....	119, 168, 392
Рогачев А.С. ....	318
Рогачев С.О. ....	365
Рогожин А.С. ....	422
Рожнов А.Б. ....	134, 365
Романов В.Я. ....	154
Рослова М.В. ....	429
Росляков И.В. ....	15, 181
Ростовцев Г.А. ....	295

Ротштейн В.П. ....	159
Рохлин Л.Л. ....	284, 286, 287
Рошан Н.Р. ....	10
Рудской А.И. ....	266
Румянцева М.Н. ....	115
Русинов П.О. ....	144
Русских О.В. ....	170
Рыбальченко О.В. ....	273
Рыбин В.А. ....	440
Рыженков А.В. ....	374
Рыклина Е.П. ....	224
Рябова А.В. ....	37
Рябцев С.В. ....	87
Рябчикова Е.И. ....	431

**С**

Савельев В.Н. ....	245
Савилов С.В. ....	33
Савченко А.Г. ....	35, 468
Садиоков Э.Е. ....	392
Садовников А.А. ....	441
Саенко Е.В. ....	100
Салихов С.В. ....	35
Салищев Г.А. ....	284
Саматов О.М. ....	56
Самохин А.В. ....	19, 31, 43, 49, 380
Сантеева С.А. ....	82
Саполетова Н.А. ....	15
Саунина С.И. ....	274
Сафронов А.П. ....	22
Сафронова Т.В. ....	424, 435, 453
Сахаров Н.В. ....	233, 315, 357
Сваровская Н.В. ....	28
Свистунова И.В. ....	172
Севостьянов М.А. ....	358, 361, 456
Седов В.С. ....	140, 174
Селенских Я.А. ....	155



Тихомиров С.А. ....	21
Тихонов А.А. ....	464
Ткачев Е.С. ....	290
Тодорова Е.В. ....	258
Толмачев А.В. ....	91
Толмачев А.И. ....	209
Толмачева В.В. ....	341
Толочко Б.П. ....	257
Толстов Ю.С. ....	55
Томина Е.В. ....	147
Трегубова И.В. ....	21
Третьяков Н.Н. ....	369
Третьяченко Е.В. ....	84, 274
Трифонов А.А. ....	319
Трусова Е.А. ....	23, 44, 59, 338
Труханов П.А. ....	191
Трушкова Т.Н. ....	51
Тузов Ю.В. ....	468
Тукеева М.С. ....	216, 288, 299
Турищев С.Ю. ....	87, 177, 371, 383, 410
Тугов М.В. ....	172
Тугубалина И.Л. ....	22
Тухтаев Р.К. ....	8
Тухтаев Х.Б. ....	110
Тучин А.В. ....	76, 85, 178
Тюменцев А.Н. ....	154, 345
Тюменцев В.А. ....	276

У

Уваркин П.В. ....	209
Удалова А.Ю. ....	341
Уксусников А.Н. ....	221
Умнов П.П. ....	252
Умнова Н.В. ....	252
Урбанович В.С. ....	229, 277
Усольцева Д.С. ....	393
Устюхин А.С. ....	443

Утебеков Т.А. ....	160
--------------------	-----

Ф

Фадеев А.А. ....	19
Фазлитдинова А.Г. ....	276
Файков П.П. ....	51
Фатеев В.Н. ....	308
Фахретдинова Э.И. ....	249
Федоренко О.А. ....	279
Федоров П.П. ....	37, 416
Федорова О.В. ....	320
Федосеев В.Б. ....	385
Федосов М.А. ....	360
Федотов А.А. ....	308
Федотов А.К. ....	371
Федотов А.Ю. ....	463, 465
Федотова Ю.А. ....	371
Федяева О.Н. ....	89
Филатов М.С. ....	395
Филиппов М.А. ....	279
Филиппов Ю.И. ....	355
Филиппов Я.Ю. ....	444
Филонов М.Р. ....	468
Фирстов Г.С. ....	215
Фокина Е.А. ....	264
Фролова Н.Ю. ....	212

Х

Хаджай Г.Я. ....	12
Харанжевский Е.В. ....	67, 109, 119, 168, 392
Харин Е.В. ....	191
Харченко А.В. ....	142
Харькова М.А. ....	31
Хасанов А.О. ....	280, 425
Хасанов О.Л. ....	280, 425
Хаткевич В.М. ....	365

Хейфец А.Э. ....	212
Хлебова Н.Е. ....	365
Ходос И.И. ....	335
Хомич А.А. ....	140, 174
Хомская И.В. ....	212
Хоробрая Е.Г. ....	28
Хорт А.М. ....	123
Хохлов А.Р. ....	8
Храменкова А.В. ....	396
Хрущёва А.А. ....	338
Хрущов М.М. ....	121

**Ц**

Цванг Ф.М. ....	465
Цветков Ю.В. ....	19, 49
Целищев Ю.Г. ....	372
Ципенюк В.Н. ....	184

**Ч**

Чайкина М.В. ....	427
Черепанова С.В. ....	232
Черногорова О.П. ....	230
Чернышев А.В. ....	410
Чернышова Т.А. ....	348
Чернявский А.В. ....	10
Чжан В.Б. ....	250
Чибирова Ф.Х. ....	57, 79
Чистяков О.Д. ....	250
Чувенкова О.А. ....	87
Чувильдеев В.Н. ....	233, 315, 357
Чуева Т.Р. ....	252
Чукин М.В. ....	244
Чурбаев Р.В. ....	355

**Ш**

Шабанова И.Н. ....	329
Шалимова А.В. ....	248
Шамрай В.Ф. ....	31

Шаньгина Д.В. ....	207, 300
Шапкин Н.П. ....	172
Шаповалов В.И. ....	157
Шарафутдинов М.Р. ....	257
Шарипзянова Г.Х. ....	311
Шаркеев Ю.П. ....	209
Шатилина А.М. ....	229, 277
Шатохин А.Н. ....	33, 115
Шахрай О.А. ....	374, 411
Шевейко А.Н. ....	135, 430
Шевельков А.В. ....	429
Шевченко В.Г. ....	34
Шелехов Е.В. ....	338
Шереметьев В.А. ....	253
Шефтель Е.Н. ....	191
Шикина Н.В. ....	431
Шипило Н.В. ....	229, 277
Шишкин А.В. ....	89
Шкодич Н.Ф. ....	318
Шмаков А.А. ....	468
Шмурак С.З. ....	411
Шмытько И.М. ....	411
Шорохов Е.В. ....	212
Шотин С.В. ....	315, 357
Штанский Д.В. ....	105, 128, 135, 430
Штарклев Е.А. ....	257
Шурыгина Н.А. ....	200, 293

**Щ**

Щетинин Ю.А. ....	398
-------------------	-----

**Э**

Эльмурзаев М.Б. ....	72
Эстрин Ю.З. ....	10, 292

**Ю**

Юраков Ю.А. ....	39, 87
Юрков Г.Ю. ....	84

Юровских А.С. ....	155
Юртов Е.В.....	35, 116
Юрьев С.А. ....	160
Юсупов В.С. ....	73
Юхин Ю.М.....	8

**Я**

Ягафаров Ш.Ш.....	274
Ягодкин Ю.Д.....	35, 468
Яковенко А.Г.....	123
Япрынцев А.Д. ....	446
Ясыркина Д.С.....	37
Яштулов Н.А. ....	377



Компания **ЗАО «НАЙТЕК Инструментс»** успешно работает на российском рынке более 10 лет. Мы осуществляем поставку и сервисное обслуживание качественного научного и аналитического оборудования, а также комплектующих и расходных материалов. Наша компания – эксклюзивный дистрибьютор **HORIBA Scientific**, мирового лидера по производству аналитического и научного оборудования, владеющего широко известными брендами Jobin Yvon, SPEX, Dilor.

Мы представляем комплексные решения для анализа наноматериалов. Теперь научные специалисты могут использовать ключевые инструменты рамановской спектроскопии, эллипсометрии, спектроскопии тлеющего разряда и оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой для исследования наноматериалов. Работаете ли вы с одностенными углеродными нанотрубками, квантовыми точками, наночастицами или нанокристаллами, благодаря нашим приборам вы сможете вывести свои исследования на новый уровень.

**Рамановские (КР) спектрометры** идеально подходят для изучения химического состава и структуры наноматериалов, предлагая наивысший уровень производительности. Истинная конфокальность обеспечивает высочайшую четкость изображения, работа в широком спектральном диапазоне дает доступ к огромному количеству образцов, высочайшее разрешение позволяет проводить исследования тонких фазовых и структурных свойств.

#### **Рамановский (КР) спектрометр HORIBA T64000** –

уникальный исследовательский прибор, пользующийся заслуженным уважением российских научных специалистов.

Модульность системы позволяет быстро оптимизировать прибор для решения задач при проведении инновационных исследований.



#### **Рамановский (КР) спектрометр HORIBA LabRam HR Evolution** –

новая версия самого популярного в России прибора научного класса.

Современное программное обеспечение LabSpec 6 позволяет настроить систему под любую задачу пользователя.



#### **Рамановский (КР) инновационный спектрометр HORIBA XploRa** –

позволяет быстро получить высококачественные результаты, даже если пользователь ранее не работал с Рамановскими (КР) спектрометрами.

Основные функции, включая смену лазеров и картографирование, автоматизированы.



**Спектральная эллипсометрия** является одним из лучших аналитических методов исследования нанопленок. Исключительно высокая точность и простота обеспечивают быстрый и надежный анализ образцов.



**Спектральный эллипсометр с фазовой модуляцией HORIBA Uvisel 2**

– высокоточный и чувствительный прибор для решения исследовательских и производственных задач. Широкий спектральный диапазон. Возможно проведение in-situ измерений.

**Спектрометрия тлеющего разряда** – оптимальный аналитический метод для послыонного определения элементного состава различных типов покрытий толщиной от десятков микрометров до десятков нанометров.



**Спектрометр тлеющего разряда HORIBA GD Profiler**

проводит полный анализ состава и толщины покрытий за 3 минуты. Возможность анализа образцов, не проводящих электрический ток, при помощи радиочастотного источника. Оптическая система позволяет определять до нескольких десятков элементов одновременно.

**Оптическая эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой** – это метод измерения излучения, испускаемого элементами в пробе, помещенной в индуктивно-связанную плазму, является привычным и широко распространенным методом элементного микроанализа.

**ИСП-ОЭС спектрометр HORIBA Activa-M**

выполнен на основе многоканального детектора и относится к ИСП с одновременным определением и обладает лучшими в мире характеристиками по разрешению, чувствительности и точности измерений.



Наши заказчики – ведущие российские исследовательские центры, институты РАН, ведущие государственные высшие учебные заведения: ИМЕТ, МГУ, МЭИ, МИСиС, ТПУ, ВНИИОФИ, Томский ГУ, СПбГУ, БФУ им. И. Канта, Концерн «Росатом», Норильский Никель, Евраз-Холдинг, Золотодобывающая компания ПОЛЮС и многие другие.

**Контактная информация:**

141700, Московская область, г. Долгопрудный, ул. Дирижабельная, 15а  
т/ф. (495) 661-06-81, e-mail: [nytek@nytek.ru](mailto:nytek@nytek.ru), [www.nytek.ru](http://www.nytek.ru)

# Мощная поисковая web-платформа

The screenshot shows a web search platform with several tabs: 'Parameters', 'Components', 'Synthesis and properties', and 'Classify data'. The 'Parameters' tab is active, displaying various search criteria and filters. On the right, there is a grid of results with columns for 'Name', 'Mol. Weight', 'Mol. Formula', 'Mol. Weight', 'Mol. Formula', and 'Mol. Weight'. Below the grid, there are options to 'Download' and 'Print' the results.

## Уникальная интерактивная визуализация

The image displays two interactive visualization panels. The left panel, titled '1,2-alkyne/alkyl gold nanoparticles-coated titania', shows a 3D model of a layered structure with labels for 'titania', 'gold nanoparticle', and 'alkyne'. Below the model is a flowchart for the 'Preparation of 1 of 2' involving  $TiCl_4$ ,  $H_2O$ , and  $H_2$ . The right panel, titled '3,5-chemiluminescence nanoparticles probe', shows a 3D model of a probe with labels for 'probe DNA', 'DNA', and 'probe DNA'. Below the model is a flowchart for the 'Preparation of 3 of 3 (Chemical synthesis)' involving 'probe DNA' and 'incubation'.

## Наноматериалы любой структуры и сложности

The image shows a detailed view of a nanomaterial entry. On the left is a 3D model of a gold nanoparticle. The main text area contains the following information:
 

- Role:** layer
- Name:** CTAB
- Binding to:** surf; adsorption
- Synonyms:** cetrimonium bromide
- Formula:**  $C_{18}H_{42}BrN$

 Below the text is a chemical structure of CTAB: CCCCCCCCCCCCCCCC[N+](C)(C)CBr. A 'Download mol' link is provided. On the right, there is a table with the following data:
 

Size	dependency of UV-vis absorbance on wavelength
Details	surface plasmon resonance
Morphology data	UV absorption maximum
Physical data	stability under laser beam irradiation
Application data	

Информационный Центр  
по Науке и Технологиям



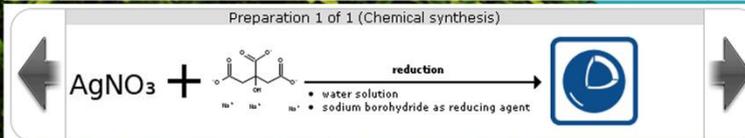
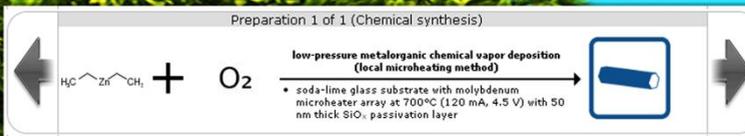
www.stic.ru



# Свойства наноматериалов и наноустройств

<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Catalytic data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Reaction type:</b> water oxidation reaction</p> <p><b>Investigated parameter:</b> overpotential of water discharge</p> <p><b>Investigated parameter:</b> Tafel slope</p> <p><b>Investigated parameter:</b> turnover frequency at zero overpotential</p> <p><b>Investigated parameter:</b> maximum turnover frequency</p>	<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Catalytic data</p>	<p><b>Reaction type:</b> glucose phosphorylation under NIR laser beam irradiation</p> <p><b>Investigated parameter:</b> specific activity</p>	<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Biological data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Effect:</b> bacterial capture</p> <p><b>Test system:</b> <i>Staphylococcus aureus</i> subsp. <i>aureus</i> (BCRC 10451)</p> <p><b>Effect:</b> no bacterial capture</p> <p><b>Test system:</b> <i>Pseudomonas aeruginosa</i> (BCRC 10303)</p>
<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Physical data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Need relaxation time</b></p> <p>dependency of viscosity on shear rate; magnetic field influence was studied</p> <p>dependency of stress on shear rate; magnetic field influence was studied</p> <p>dependency of static yield stress on magnetic field</p> <p>dependency of dynamic yield stress on magnetic field</p> <p>dependency of field-specific viscosity on Mason number; magnetic field influence was studied</p> <p>dependency of viscosity on magnetic field</p>	<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Physical data</p>	<p><b>Verwey Transition temperature</b></p> <p>dependency of magnetization on temperature; field-cooling mode effect was studied</p> <p>transition width</p> <p>dependency of magnetization on magnetic field; in-plane or out-of-plane mode effect was studied</p> <p>saturation magnetization</p> <p>dependency of resistivity on temperature</p> <p>activation energy</p> <p>dependency of resistivity on magnetic field</p>	<p><b>Morphology data</b></p> <p><b>Physical data</b></p> <p><b>Application data</b></p>	<p>dependency of current on voltage</p> <p>dependency of resistance on voltage</p> <p>dependency of recombination resistance on voltage</p> <p>dependency of chemical capacitance on voltage</p> <p>power conversion efficiency</p> <p>open-circuit voltage</p> <p>short-circuit current density</p> <p>dependency of electrical conductivity on voltage</p> <p>fill factor</p>

## Подробные схемы синтеза



## Возможности применения

<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Physical data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Application area:</b> electronics</p> <p><b>Application:</b> thin-film transistor</p> <p><b>Specification:</b> channel layer</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> Yes</p>	<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Application area:</b> engineering</p> <p><b>Application:</b> wind turbine blade</p> <p><b>Specification:</b> aerodynamic surface</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> No</p>	<p><b>Morphology data</b></p> <p><b>Physical data</b></p> <p><b>Application data</b></p>	<p><b>Application area:</b> power generation</p> <p><b>Application:</b> lithium ion battery</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> Yes</p>
<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Physical data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Application area:</b> power generation</p> <p><b>Application:</b> wind turbine blade</p> <p><b>Specification:</b> aerodynamic surface</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> No</p>	<p><b>Size</b></p> <p><b>Details</b></p> <p>Morphology data</p> <p>Application data</p>	<p><b>Application area:</b> power generation</p> <p><b>Application:</b> wind turbine blade</p> <p><b>Specification:</b> aerodynamic surface</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> No</p>	<p><b>Morphology data</b></p> <p><b>Physical data</b></p> <p><b>Application data</b></p>	<p><b>Application area:</b> power generation</p> <p><b>Application:</b> lithium ion battery</p> <p><b>Experimentally confirmed:</b> Yes</p>



Ваш компас знаний  
в океане  
нанотехнологий

[www.nanoocean.com](http://www.nanoocean.com)

## ДИФРАКТОМЕТР SmartLab™ РИГАКУ

Пучков А.В., Гуртовая И.Б.

Филиал АК «И-Глобалэдж Корпорейшн» (Япония), г. Москва,

Россия, Москва, [puchkov@e-globaledge.ru](mailto:puchkov@e-globaledge.ru), +7(495)967-09-59

Дифрактометрический комплекс SmartLab™ Ригаку - это интеллектуальная интегрированная система управления Guidance™ и автоматическая юстировка всех компонент рентгенооптической системы. Для этого универсального дифрактометра сложный эксперимент перестал означать сложность проведения измерений и



обработки данных. Наличие рекомендуемых конфигураций и наборов параметров для всех основных типов экспериментов. Guidance™ предлагает лучшие оптические конфигурации для каждого типа сложных измерений, таких как тонкие пленки, текстура, размер частиц/нанопор. Мощный (9 кВт) источник рентгеновского излучения с вращающимся анодом является важным техническим преимуществом SmartLab™ Ригаку.

Для решения задач физического материаловедения на дифрактометре SmartLab™ Ригаку могут быть реализованы все основные типы экспериментов, включая:

- 1) Качественный и количественный анализ в фокусирующей геометрии;
- 2) Качественный и количественный анализ в геометрии параллельного пучка;
- 3) Уточнение структур методом Ритвельда;
- 4) Анализ тонких пленок и поверхностных слоев в геометрии скользящего падения пучка и в геометрии «In-plane»;
- 5) Текстурные измерения (в том числе текстурные измерения без искажения профиля падающего пучка в геометрии «In-plane»). Построение и анализ ППФ, ОПФ, ФРО;
- 6) Анализ совершенства пленок и монокристаллов;
- 7) Анализ макронапряжений;
- 8) Анализ кривых качания;
- 9) Анализ ориентации монокристаллов, построение «обычных» порошковых дифрактограмм от монокристалла;
- 10) Рефлектометрия высокого разрешения, анализ толщины пленок, плотности и шероховатости, анализ многослойных структур;
- 11) Построение карт электронной плотности;
- 12) Анализ наночастиц и нанопор методом малоуглового рассеяния (SAXS и USAX) в геометрии на прохождение и отражение (GiSAXS), в том числе для наноструктурированных пленок;
- 13) Определение параметров элементарной ячейки, размеров кристаллитов и микронапряжений;
- 14) Локальный анализ и картирование поверхности анализируемого образца;
- 15) Определение взаимных ориентаций слоев в пленках;
- 16) Измерения in-situ с использованием температурных приставок в диапазоне от 4К до 1500 °С с возможностью записи кинетики процесса на большой двухкоординатный детектор;
- 17) Совмещенный XRD и DSC анализ.

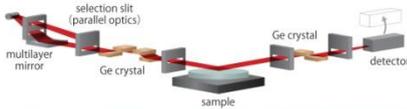
Специалисты АК «И-Глобалэдж Корпорейшн» готовы оказать содействие в подборе оптимальной конфигурации прибора согласно Вашим аналитическим задачам.



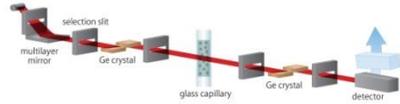
**Геометрия Брэгга-Брентано и параллельного пучка**



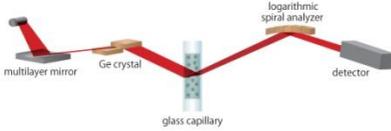
**Трехкристалльная геометрия**



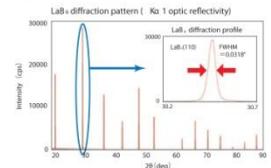
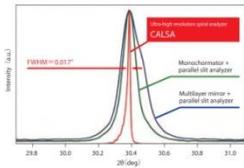
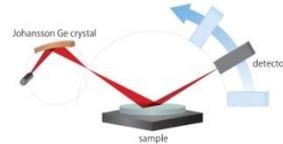
**SAXS и Ultra SAXS**



**CALSA - спиралевидный HR монохроматор**

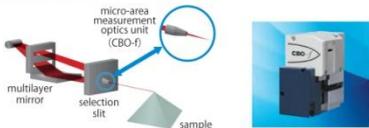


**K $\alpha_1$  монохроматор Йохансона**

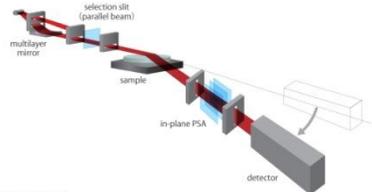


Completely eliminate K $\alpha_2$  and achieve high resolutions with a half-width of 0.04°

**Собирающая оптика**



**In-plane геометрия**



Представитель Ригаку Корпорейшн в странах СНГ:

**EG E-Globaledge Corporation**  
イーグローパレッジ株式会社

АН "И-Глобалдж Корпорейшн"  
123610, Россия, г. Москва, Краснопресненская наб., 12, ЦМТ  
+7 495 967 0959 info@e-globaledge.ru http://www.e-globaledge.ru

**Bruker AXS**



● **Дифрактометр высокого разрешения D8 DISCOVER**

- Фазовый и структурный анализ твердых тел (порошки, поли- и монокристаллы)
- Исследование морфологии межслойных границ в многослойных структурах, с толщинами слоев вплоть до нескольких монослоев
- Изучение особенностей морфологии поверхности и приповерхностных слоев по глубине (от десятых долей нанометра)
- Изучение структурных превращений в твердых растворах

think forward

Дифрактометрия

[www.bruker.ru](http://www.bruker.ru)

[www.bruker.com](http://www.bruker.com)

**ООО Брукер**

119017, Москва,  
ул. Пятницкая д. 50/2 стр. 1,  
Тел: +7 (495) 517-92-84  
Тел: +7 (495) 517-92-85  
Факс: +7 (495) 517-92-86  
[xray@bruker.ru](mailto:xray@bruker.ru)

**Представительства группы  
компаний BRUKER**

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ:  
ЕКАТЕРИНБУРГ:  
КАЗАНЬ:  
НОВОСИБИРСК:

ТЕЛ. +7 (812) 323-46-09  
ТЕЛ. +7 (343) 345-85-92  
ТЕЛ. +7 (987) 290-81-89  
ТЕЛ. +7 (383) 333-22-41



### Рентгенофлуоресцентный волнодисперсионный спектрометр S8 TIGER

- Определение химического состава различных материалов
- Простая и быстрая пробоподготовка твердых и порошкообразных образцов
- Анализ элементов от бериллия до урана
- Диапазон измеряемых концентраций от долей ppm до 100%
- Воспроизводимость 0,05 % отн.
- Быстрый обзорный анализ и получение полуколичественных результатов без использования стандартных образцов
- Современное программное обеспечение SPECTRA<sup>plus</sup>

### Настольный рентгенофлуоресцентный спектрометр S2 PICOFOX

- Уровень измеряемых концентраций от миллиардных долей (ppb, мкг/л) до 100%
- Диапазон измеряемых элементов от Al до U
- Простой количественный анализ без использования внешних стандартных образцов
- Неразрушающий качественный анализ микропроб, количеством от нг до мкг
- Отсутствие матричных эффектов
- Низкая себестоимость анализа
- Для работы требуется только подключение к электропитанию (не требуется газ и вода)



### Настольный рентгеновский дифрактометр D2 PHASER

- Качественный и количественный фазовый анализ
- Определение степени кристалличности
- Характеристики фазы (параметры ячейки, размер кристаллитов, микронапряжения)
- Определение кристаллических структур
- Широкий спектр прободержателей стандартного промышленного размера (Ø 51.5 мм) для различных задач

xray@bruker.ru  
www.bruker.ru

#### ООО «Брукер»

г. Москва 119017,  
ул. Пятницкая д.50/2 стр. 1  
Тел. (495) 517-9284, 517-9285  
Факс (495) 517-9286

#### Региональные представительства:

Санкт-Петербург: (812) 323-4609  
Екатеринбург: (343) 257-8592  
Казань: (987) 290-8189  
Новосибирск: (983) 121-6389

ООО «Ваш полиграфический партнер»  
127238, Москва, Ильменский пр, д. 1, стр.6  
Подписано в печать 02.09.2013  
Тираж 70 экз. Заказ №300  
Отпечатано в типографии ООО «МОН»  
105082, г. Москва, пл. Спартаковская,  
д.14 стр.3, ком.3

ISBN 978-5-4253-0605-0

